



**HAL**  
open science

# Comportement en fretting de composite CFRP HexTOOL TM et de sa matrice Bismaléimide

Svetlana Terekhina

► **To cite this version:**

Svetlana Terekhina. Comportement en fretting de composite CFRP HexTOOL TM et de sa matrice Bismaléimide. Sciences de l'ingénieur [physics]. Ecole Centrale de Lyon, 2011. Français. NNT : 2011ECDL0009 . tel-00601034

**HAL Id: tel-00601034**

**<https://theses.hal.science/tel-00601034>**

Submitted on 16 Jun 2011

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

**N° d'ordre: 2011-09**

**Année 2011**

# **THÈSE**

**Présentée devant**

***L'ÉCOLE CENTRALE DE LYON***

**Pour obtenir le grade de DOCTEUR**

**Spécialité : Matériaux**

**Par**

**Svetlana TEREKHINA**

---

---

***COMPORTEMENT EN FRETTEMENT DU  
COMPOSITE CFRP HEXTOOL<sup>TM</sup> ET DE SA  
MATRICE BISMALEIMIDE***

---

---

**Soutenue publiquement le 25 Mars 2011  
devant la commission d'examen formée de :**

<b>LOUBET, J.-L., directeur de recherche CNRS – ECL</b>	<b>Président</b>
<b>GOUSKOV A., professeur - MSTU Bauman</b>	<b>Examineur</b>
<b>DAUPHIN C., Hexcel Composites</b>	<b>Examineur</b>
<b>VAUTRIN A., professeur – ENSMSE</b>	<b>Rapporteur</b>
<b>DENAPE J., professeur – ENIT</b>	<b>Rapporteur</b>
<b>FOUVRY S., directeur de recherche CNRS – ECL</b>	<b>Co-directeur</b>
<b>SALVIA M., maitre de conférences, HDR – ECL</b>	<b>Directrice</b>
<b>TARASOVA T., professeur – MSTU Bauman</b>	<b>Directrice</b>

## RÉSUMÉ

*Le composite HexTOOL™ à base de la matrice bismaléimide renforcé par des fibres de carbone fait partie d'une famille de matériaux composites récemment utilisés pour des applications à haute température. Vu la part croissante de l'utilisation de ce matériau dans les domaines industriels, il est inconcevable de ne pas s'intéresser aux endommagements (fissuration et usure...), engendrés par des sollicitations de contact, en particulier vis-à-vis de matériaux métalliques. L'une des sources de ces endommagements est associée aux vibrations apparaissant lors de sollicitations de petits débattements (fretting).*

*L'objectif de ce travail est de développer une méthodologie expérimentale, permettant d'expertiser le comportement à long terme en fretting du composite HexTOOL™.*

*Deux résultats essentiels sont mis en avant au cours de cette étude. Le premier concerne l'étude de l'endommagement de la matrice bismaléimide (BMI). Pour cela, les conditions d'amorçage et de propagation des fissures ainsi que l'usure ont été analysées en fonction des conditions de sollicitation locale. Le deuxième résultat est le développement d'une stratégie d'analyse de l'usure du composite HexTOOL™. L'orientation locale des fibres a une influence notable sur le phénomène de l'usure du composite. Des essais effectués sous des niveaux de force normale et des conditions de température différentes ont mis en évidence une meilleure résistance à l'usure dans les zones où les fibres sont parallèles à la direction de glissement. En outre, des essais menés en fonction de la température ont montré l'influence de la matrice et du troisième corps sur la cinétique d'usure.*

Mots clés : fretting, composite HexTOOL™, résine bismaléimide (BMI), fissuration, usure, troisième corps, cartes de sollicitation locale, carte de réponse du matériau.

## ABSTRACT

*Carbon fibre/bismaleimide composite or HexTOOL™ is one of a family of composite materials recently developed for high temperature applications. Given the increasing use of this material in industrial fields, it is interesting to study damage (cracking and wear ...), caused by contact stresses, in particular in the contact with metallic materials. One source of this damage is associated to vibration occurring when a small displacement amplitude oscillatory motion is conducted (fretting).*

*The objective of this work is to develop an experimental methodology, allowing the analyzing of the long-term behavior of composite HexTOOL™ under fretting conditions.*

*Two main results are put ahead during this research. The first concerns the study of damage of the bismaleimide matrix. Two types of damage, depending on local stress conditions: the Cracking and Wear, were analyzed. These experimental data conditions were used for the fretting maps to better visualize the behavior of the composite matrix. The second result is the development of a wear analysis strategy of the composite HexTOOL™. Influence of the local fibre orientation on the wear kinetics of composite is here presented. Tests performed under constant normal force and different temperature conditions show the best wear resistant performance of composite with parallel fibre orientation to the sliding direction. In addition, the influence of the matrix behaviour (viscous response) and the third body on the wear is shown.*

Keywords: fretting, composite HexTOOL™, bismaleimide resin (BMI), cracking, wear, third body, running condition fretting map, material response fretting map.

## Remerciements

*Ce mémoire est l'aboutissement de trois années de thèse que j'ai eu la chance de réaliser au Laboratoire de Tribologie et Dynamique des systèmes (LTDs) (UMR 5513) de l'École Centrale de Lyon, aux côtés de Michelle SALVIA et Siegfried FOUVRY. Arrivant sur la pointe des pieds à l'École, j'étais à la fois impressionné et déchiré quant à l'idée de quitter mon cher pays la Russie. C'est maintenant avec un grand plaisir et surtout beaucoup d'émotion que je repense à cette aventure qui m'a permis de « grandir » à la rencontre de nombreuses personnes.*

*En premier lieu, je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance et toute ma gratitude envers Michelle, qui m'a encadré tout au long de la thèse avec une attention, une patience et une gentillesse remarquables. J'ai apprécié la liberté que m'a laissée dans la conduite de mes recherches. Elle m'a témoigné une confiance presque illimitée. Sa disponibilité, ses conseils et intuitions ont toujours été un grand réconfort. J'ai eu énormément de plaisir à travailler sous sa tutelle. L'ombre de Siegfried plane également sur la thèse, son enthousiasme et son énergie débordante ont toujours été un moteur pour mon travail. Toujours prêt pour des discussions riches et souvent tardives, il m'a ouvert l'esprit dans le domaine du fretting. Mes sincères remerciements vont également à ma directrice de thèse Tatiana TARASOVA du côté de l'Université technique d'état de Moscou Bauman pour ces précieux conseils qui m'ont permis de bien réussir. Par leurs qualités tant scientifiques qu'humaines, ils resteront tous trois un exemple pour moi.*

*Je remercie particulièrement Jean-Luc LOUBET de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de thèse, ainsi que Jean DENAPE et Alain VAUTRIN d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail et pour les remarques intéressantes dont ils m'ont fait part.*

*Je remercie également Alexandre GOUSKOV pour sa participation au jury. Ainsi, mes vifs remerciements vont à Claude DAUPHIN d'avoir participé à la commission d'examen et de m'avoir fournie les matériaux nécessaires dans le cadre du projet LCM SMART.*

*Je tiens également à témoigner toute mon amitié à tous les membres du Département STMS, qui ont rendu mes années très agréables en particulier madame Dominique VINCENTELLI et Monsieur Bernard BEAUGIRAUD.*

*Enfin j'adresse mes plus chaleureux sentiments à mes parents, et au reste de ma famille pour leur soutien constant. Plus personnellement, je remercie mon mari, Lamine, pour son aide, son écoute et surtout son amour qui m'a été essentiel durant ces années. A tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la formation de ce travail et également à tous mes amis de la fameuse partie du Tarot (Benjamin, Pavel, Paule, Vanessa, Olivier, Stéphane, Olga).*

MERCI BEAUCOUP

# SOMMAIRE

INTRODUCTION.....	1
-------------------	---

## PREMIÈRE PARTIE : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

### CHAPITRE I : ÉTUDE DE LA DÉGRADATION SOUS FRETTEMENT

I.1. CONCEPT DU FRETTEMENT .....	6
I.1.1. Introduction .....	6
I.1.2. Contacts étudiés .....	7
I.1.3. Conditions de sollicitation .....	9
I.1.4. Condition de glissement .....	10
I.1.5. Critères de transition .....	15
I.1.6. Cartes de sollicitation locale .....	16
I.2. ENDOMMAGEMENT DE SURFACE .....	18
I.2.1. Fissuration .....	18
I.2.2. Usure .....	21
I.2.3. Usure des composites soumis aux sollicitations de fretting .....	25
I.3. CARTE DE REPONSE DU MATERIAU .....	33
I.4. PROTECTION CONTRE LE FRETTEMENT .....	34
I.4.1. Méthodologie de détection de l'endommagement en fretting .....	35
I.4.2. Solutions afin de protéger les matériaux en contact contre le fretting .....	36
I.5. OBJECTIF ET METHODOLOGIE DE RECHERCHE .....	37

## SECONDE PARTIE : MATÉRIAUX ET DISPOSITIFS UTILISÉS, RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

### CHAPITRE II : MATÉRIAUX ÉTUDIÉS ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

#### Partie A: Caractérisation des matériaux étudiés et techniques expérimentales

II.1. MATERIAUX .....	42
II.1.1. Généralités .....	42

II.1.2. Les fibres de carbone .....	42
II.1.3. Les matrices polymères .....	43
II.1.4. Zones interfaciales .....	45
II.2. COMPOSITE FIBRES DE CARBONE-MATRICE BISMALÉIMIDE (HEXTOOL™)	46
II.2.1. La matrice bismaléimide (BMI) .....	46
II.2.2. Les fibres et les pré-imprégnés .....	47
II.2.3. Mise en œuvre de composite HexTOOL™ .....	48
II.3. RESINE EPOXYDE THERMODURCISSABLE RTM6 .....	54
II.4. ANTAGONISTE UTILISE DANS LES ESSAIS DU FRETTEING : ACIER 100CR6 ..	56
II.4.1. Composition chimique : .....	56
II.4.2. Propriétés mécaniques : .....	56
II.5. CARACTERISATION DES MATERIAUX .....	57
II.5.1. Morphologie complexe du composite HexTOOL™ .....	57
II.6. CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE DES RESINES BMI ET RTM6 .....	58
II.6.1. Principe de Calorimétrie différentielle à balayage appelée DSC (Differential Scanning Calorimetry) .....	58
II.6.2. Résultats obtenus par DSC .....	60
II.7. METHODE D'ANALYSE DYNAMIQUE (DMA) .....	61
II.7.1. Principe .....	61
II.7.2. Résultats .....	65
II.8. CONCLUSION .....	74

### **Partie B: Méthodes d'Analyse Tribologique**

II.9. DISPOSITIF EXPERIMENTAL DE L'ESSAI FRETTEING .....	76
II.9.1. Machine NENE .....	76
II.10. PROFILOMETRE INTERFEROMETRIQUE .....	77
II.11. CONTACT DE HERTZ EN INDENTATION NORMALE .....	80
II.12. CARACTERISATION DES PROPRIETES ELASTIQUES PAR UNE METHODE INDIRECTE BASEE SUR LES ESSAIS DU FRETTEING .....	82
II.12.1. La modélisation numérique .....	83
II.12.2. Identification des propriétés mécaniques à travers une méthode indirecte basée sur les essais du fretting .....	85
II.13. CONCLUSION .....	90

## CHAPITRE III : CARTES DE SOLLICITATION LOCALE

III.1. CONDITIONS DE SOLLICITATION .....	93
III.1.1. Contact Hertzien Glissant .....	93
III.1.2. Chargement Dynamique (Modèle de Mindlin) .....	95
III.2. DEFINITION DE LA TRANSITION DE GLISSEMENT .....	99
III.2.1. Méthode de débattements variables .....	99
III.2.2. Critère d'énergie A .....	101
III.3. CARTE DE SOLLICITATION LOCALE (CSL) .....	102
III.4. ANALYSE TRIBOLOGIQUE DES REGIMES : EVOLUTION DU COEFFICIENT DE FROTTEMENT .....	110
III.4.1. Détermination de coefficient de frottement à la transition de glissement $\mu_t$ .....	110
III.4.2. Détermination de coefficient de frottement stabilisé $\mu_{stab}$ dans le régime de glissement total (RGT) .....	113
III.5. CONCLUSION .....	118

## CHAPITRE IV : MÉCANISMES D'ENDOMMAGEMENT DE LA MATRICE BMI

IV.1. ETUDE DE LA FISSURATION .....	121
IV.1.1. Description des fissures .....	121
IV.1.2. Analyse dynamique de l'activation de fissure .....	125
IV.1.3. Analyse mécanique du processus de fissuration .....	127
IV.1.4. Analyse de la propagation des fissures sous sollicitations de fretting: Influence de la température sur la condition d'arrêt des fissurations .....	129
IV.1.5. Analyse de l'amorçage de fissure: Influence de la température .....	131
IV.1.6. Synthèse .....	135
IV.2. ETUDE DE L'USURE .....	136
IV.2.1. Analyse des traces d'usure .....	136
IV.2.2. Approche énergétique de l'usure pour les résines BMI et RTM6 .....	137
IV.2.3. Mécanisme de formation du troisième corps .....	148
IV.2.4. Synthèse .....	151
IV.3. CONCLUSION .....	151

## **CHAPITRE V : COMPORTEMENT EN FRETTEMENT DU COMPOSITE HEXTOOL™**

V.1. EVOLUTION DU COEFFICIENT DE FROTTEMENT .....	154
V.1.1. Influence de l'orientation des fibres sur l'évolution du coefficient de frottement à température ambiante .....	155
V.1.2. Influence de la température et de la force appliquée sur l'évolution de COF .....	158
V.1.3. La loi de frottement du composite .....	163
V.2. INFLUENCE DE L'ANTAGONISTE 100C6 SUR L'USURE DE COMPOSITE HEXTOOL™ .....	164
V.3. INFLUENCE DE L'ORIENTATION DES FIBRES SUR L'USURE POUR DIFFERENTES TEMPERATURES .....	166
V.4. INFLUENCE DE L'EAU ET L'ETAT DE SURFACE SUR LA CINETIQUE D'USURE DE COMPOSITE HEXTOOL™ .....	180
V.4.1. Influence de l'état de surface du composite HexTOOL™ vis-à-vis de l'usure .....	180
V.4.2. Influence de l'eau sur l'évolution de l'usure du composite .....	184
V.5. CONCLUSION .....	189
<b>CONCLUSION GÉNÉRALE .....</b>	<b>193</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>200</b>
<b>ANNEXE I .....</b>	<b>211</b>
<b>ANNEXE II .....</b>	<b>214</b>
<b>ANNEXE III .....</b>	<b>216</b>
<b>ANNEXE IV .....</b>	<b>221</b>



# **INTRODUCTION GÉNÉRALE**

## INTRODUCTION

Les excellentes propriétés mécaniques spécifiques des matériaux composites (CFRP – carbon fiber-reinforced plastics) (rapport performance poids, forte résistance mécanique et à la fatigue) ont conduit depuis de nombreuses années à leur utilisation dans diverses applications de haute technologie (aéronautique, aérospatial...). A titre d'exemple, le secteur aéronautique représente une part importante en valeur des composites (25%). Ainsi, un ratio voisin de 50% de composites en masse est atteint pour les structures des A350 et B787. Il est probable que ce niveau d'utilisation des composites sera dépassé pour les appareils appelés à succéder aux B737 et A320. La part des composites dans la structure des dernières générations d'avions militaires dépasse 60% [1]. Ces composites sont généralement constitués de fibres (de verre, carbone, kevlar, ou naturelles...) qui leur confèrent une grande rigidité, et de résines (thermodurcissable ou thermoplastique) dont le rôle est de transférer les charges vers les fibres, et de protéger ces dernières des agressions environnementales. Néanmoins, leur utilisation est freinée par les coûts de matière et de mise en œuvre, ainsi que leur faible résistance aux dommages et la méconnaissance de leur comportement à long terme.

Vu la part croissante d'utilisation de ces matériaux dans les domaines industriels, il est inconcevable de ne pas s'intéresser aux endommagements (fissuration et usure...), engendrés par des sollicitations de contact, en particulier vis-à-vis de matériaux métalliques (pièces pour train d'atterrissage par exemple). L'une des sources de ces endommagements peut être provoquée par les vibrations lors de sollicitations de petits débattements (fretting). Véritable problème industriel, les dégradations qui en résultent peuvent générer des dysfonctionnements plus ou moins importants.

Dans ce contexte, on s'intéresse dans le cadre du projet LCM-SMART (Procédés LCM innovants pour pièces complexes en composites) à étudier la durabilité du composite HexTOOL™ et sa matrice bismaléimide (BMI) M61 en comportement de fretting. L'influence des paramètres tels que la charge appliquée (contrainte), la température, l'humidité ainsi que la morphologie de la microstructure sur le comportement mécanique sont mis en évidence. Le composite HexTOOL™ est constitué à partir de fibres de carbone haute résistance (AS4) et d'une résine BMI qui se caractérise par une excellente tenue en température (jusqu'à 220°C), et une complexité structurale qui le distingue des composites classiquement utilisés dans l'industrie. Le pli HexTOOL™ est composé par des mèches de plis pré-imprégnés unidirectionnels (UD) de dimensions mésoscopiques ( $60 \times 8 \times 0,15 \text{ mm}^3$ ), qui sont disposés aléatoirement dans le plan du pli. L'ensemble forme un pli épais (1,25 mm) quasi-isotrope dans le plan. Grâce à sa mésostructure particulière, les applications du composite HexTOOL™ sont bien adaptées à la fabrication de pièces épaisses. En outre, le matériau est usinable et rechargeable à volonté, ce qui permet d'obtenir des tolérances dimensionnelles serrées et, éventuellement, de réparer facilement des zones endommagées. Outre ces applications, il peut donc bien être adapté à la fabrication de pièces d'outillage.

## INTRODUCTION GÉNÉRALE

---

Rien ne nous interdit aujourd'hui de dire que ce matériau, vu ses propriétés thermo-mécaniques intéressantes, ne peut être utilisé comme un matériau de base dans la fabrication des composants pour des pièces aéronautiques ou autres. Afin de répondre à cette éventualité, le comportement tribologique d'un contact composite/métal est étudié et en particulier, l'aspect morphologique (orientation des fibres) sur le comportement à l'usure. Le fretting, comme tout problème d'usure, ne peut être étudié sans intégrer le comportement global du contact et la loi de comportement des matériaux. Dans cet esprit, bien qu'il s'agisse de comprendre le comportement du composite HexTOOL<sup>TM</sup>, nous avons jugé plus réaliste, dans un premier temps, de caractériser le comportement tribologique de sa matrice (BMI).

Notre démarche s'est inspirée d'une approche « carte de fretting » qui pour un niveau de chargement normal permet de balayer les différentes formes de dégradations en faisant varier les amplitudes du glissement tangentiel. Sur la base d'une expérimentation spécifique au contact sphère/plan, nous avons mis en place une méthodologie de suivi de la fissuration (dans le cas de la matrice BMI) ainsi qu'une méthodologie d'analyse de l'usure.

Pour décrire cette démarche, ce mémoire comporte deux parties principales :

La première concerne l'étude bibliographique relevant du domaine du fretting des matériaux polymères et composites étudiées.

Le premier chapitre est consacré à la présentation des résultats bibliographiques relatifs aux trois thèmes suivant : l'analyse de la condition de glissement en fretting, le problème de la fissuration et enfin l'usure par formation de débris. Des exemples de fretting traitant le cas des matériaux composites et leurs résines sont étudiés et comparés, dans certains cas, aux matériaux métalliques. Nous décrirons plus particulièrement au cas d'un contact verre/époxyde afin de comprendre les phénomènes d'amorçage et de propagation des fissures et d'un contact aluminium/(composite-(UD)-verre-époxyde) et acier/(composite-carbone-époxyde) afin de comprendre l'effet de l'orientation des fibres sur les mécanismes de l'usure.

Cette étude bibliographique permet de définir les points essentiels à approfondir pour proposer une méthodologie de recherche combinant aspects théoriques et analyses expérimentales.

La seconde partie est consacrée aux moyens mis en œuvre pour la caractérisation de nos matériaux (résines BMI, époxyde (RTM6) et composite HexTOOL<sup>TM</sup>), ainsi qu'aux résultats expérimentaux obtenus.

Le chapitre II est scindé en deux parties. La partie A est réservée à la description de la technique de mise en œuvre des matériaux ainsi qu'à leur caractérisation physico-chimique (DSC, MEB) et mécanique (DMA). La partie B, quant à elle, est réservée aux démarches expérimentales retenues lors des essais de fretting, et à la description du contact de Hertz en

indentation normale en vue de l'application d'une nouvelle méthodologie pour la détermination des propriétés élastiques des polymères.

Le chapitre III a pour objectif de caractériser la condition de glissement. En effet, des cartes locales de régime de glissement sont proposées pour chacun des matériaux étudiés. Ces cartes permettent de visualiser différents régimes de fretting (partiel, mixte et total) et de relier les sollicitations dans l'aire de contact aux conditions de chargement extérieur. L'influence de la température sur l'évolution de ces cartes est montrée. L'identification de ces régimes est liée à la détermination de la transition. Deux types de coefficients de frottement seront étudiés: le coefficient de frottement à la transition  $\mu_t$  et le coefficient de frottement stabilisé  $\mu_{stab}$  définie dans le régime de glissement total (RGT). Enfin, la loi de frottement des deux résines (RTM6 et BMI) dans le régime de glissement total (RGT) sera établie pour différentes températures.

L'identification des régimes permet, dans le cas de la résine BMI, de cerner les niveaux de glissement tangentiel aboutissant à un endommagement par fissuration et usure. Au cours du quatrième chapitre, l'étude expérimentale des mécanismes d'amorçage et de propagation des fissures au niveau du contact est abordée, en considérant l'approche quantitative basée sur la mesure de la longueur maximale des fissures observées. Cette approche expérimentale est complétée par une analyse analytique (Mindlin-Hamilton) décrivant les contraintes au niveau du contact. L'effet de la température sur l'amorçage et la propagation des fissures est montré et la carte équivalente de fatigue est ainsi établie. Outre l'aspect fissuration, la cinétique d'usure basée sur l'approche énergétique globale pour différentes températures, est introduite pour les résines BMI et époxyde (RTM6). Les mécanismes de formation du troisième corps sont détaillés. Enfin, couplant l'aspect fissuration/usure la carte de réponse du matériau (CRM) de la résine BMI est établie.

Dans le chapitre V, nous avons repris la même approche énergétique de l'usure, utilisée dans le chapitre précédant, pour le composite HexTOOL<sup>TM</sup>. L'accent sera mis sur l'étude de l'influence de l'orientation du renfort et de la température sur les lois de frottement et d'usure. En se basant sur les résultats obtenus, à la fin de ce chapitre la carte de réponse du matériau est développée.

Les principaux résultats de cette étude seront synthétisés dans une conclusion générale.

**Première Partie**  
**ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

# CHAPITRE I

## ÉTUDE DE LA DÉGRADATION SOUS SOLLICITATION DE FRETTING

*Différents aspects bibliographiques sont traités au cours de ce chapitre regroupant des résultats expérimentaux et théoriques relatifs aux trois thèmes suivants : l'analyse de la condition de glissement en fretting, le problème de la fissuration et enfin l'usure par formation de débris. Des exemples de fretting traitant le cas des matériaux composites et leurs résines sont étudiés et comparés, dans certains cas, aux matériaux métalliques.*

*Enfin, nous concluons par la définition des points essentiels à approfondir pour proposer une méthodologie de recherche combinant aspects théoriques et analyses expérimentales.*

## Sommaire

---

<b>CHAPITRE I</b> .....	6
<i>I.1. CONCEPT DU FRETTING</i> .....	6
<i>I.1.1. Introduction</i> .....	6
<i>I.1.2. Contacts étudiés</i> .....	7
<i>I.1.3. Conditions de sollicitation</i> .....	9
<i>I.1.4. Condition de glissement</i> .....	10
<i>I.1.5. Critères de transition</i> .....	15
<i>I.1.6. Cartes de sollicitation locale</i> .....	16
<b>I.2. ENDOMMAGEMENT DE SURFACE</b> .....	18
<i>I.2.1. Fissuration</i> .....	18
<i>I.2.2. Usure</i> .....	21
<i>I.2.3. Usure des composites soumis aux sollicitations de fretting</i> .....	25
<b>I.3. CARTE DE REPOSE DU MATERIAU</b> .....	33
<b>I.4. PROTECTION CONTRE LE FRETTING</b> .....	34
<i>I.4.1. Méthodologie de détection de l'endommagement en fretting</i> .....	35
<i>I.4.2. Solutions afin de protéger les matériaux en contact contre le fretting</i> .....	36
<b>I.5. OBJECTIF ET METHODOLOGIE DE RECHERCHE</b> .....	37

---

## I.1. CONCEPT DU FRETTING

### I.1.1. Introduction

Généralement le vocable « fretting » désigne un processus de dégradation superficielle qui apparaît entre deux surfaces en contact animées d'un mouvement oscillatoire de faibles amplitudes. Ce mode de dégradation est présent dans toute liaison mécanique (liaison par boulon, cannelures, assemblages par rivets,...) soumise à un champ de vibration. Ces déplacements sont en général très faibles en comparant à la taille du contact.

Les conséquences de cette dégradation superficielle peuvent prendre diverses formes entraînant dans certains cas un blocage des systèmes mécaniques, dans d'autres l'apparition de jeux qui pourrait entraîner des défaillances de fonctionnalité plus au moins dangereuses

selon l'usure. D'autre part, elle se traduit bien souvent par un amorçage et une propagation des fissures qui, non contrôlées, peuvent induire une rupture brutale et catastrophique des pièces.

Bien que l'étude du fretting ait commencé au début du vingtième siècle lorsque Eden [2] a mis en évidence la présence de débris d'oxyde de fer entre deux éprouvettes mises en contact et soumises à des essais de traction, la définition du terme fretting a été établie par Tomlinson [3]. Progressivement les travaux fondateurs de Cattaneo [4], Mindlin [5] et Johnson [6] donnent une description mécanique précise des sollicitations cycliques de cisaillement imposées en surface du contact et définissent la condition de glissement partiel dans un cas purement élastique.

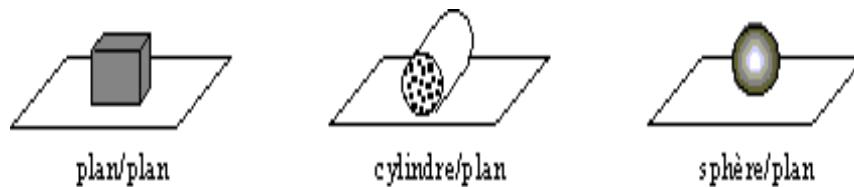
La majorité des travaux ont été menés sur les métaux métalliques, alors qu'au cours des trois dernières décennies nous avons vécu une évolution vers des polymères et des composites à matrice organique et à renforts fibreux [cf. Annexe 1]. La rigidité, ainsi que la légèreté des composites rendent toujours ces matériaux très prometteurs et en ont fait une base essentielle dans des sauts technologiques futurs. A travers le contrôle de la combinaison de la fibre et de la matrice, de l'orientation du renfort et du processus de mise en œuvre [7], les propriétés des matériaux composites sont adaptées à diverses applications industrielles. A l'heure actuelle, ils occupent une place importante dans les industries aérospatiale, aéronautique, automobile, etc. Les liaisons mécaniques démontables (boulons, rivets) entre une pièce en matériau composite et une pièce métallique vont inévitablement se développer. Les structures industrielles assemblées sont soumises à une sollicitation de contact, autrement dit au fretting. C'est pourquoi on remarque progressivement une spécialisation des recherches concentrée sur l'analyse complexe des fissures et d'usure des composites vu leur complexité structurale.

### **I.1.2. Contacts étudiés**

Les contacts réels sont généralement complexes et mal définis. Pour modéliser les mécanismes de dégradation en fretting, les chercheurs ont rapidement choisi des géométries plus simples et plus faciles à étudier, on trouve généralement les configurations suivantes (Figure I-1) :



- ✓ Contact plan/plan
- ✓ Contact cylindre/plan
- ✓ Contact sphère/plan.



*Fig.I-1. Configurations de contact*

La configuration plan-plan permet de maintenir des surfaces de frottement constantes quelle que soit l'usure des interfaces. Cependant, l'analyse mécanique montre que la distribution de pression et surtout de cisaillement se caractérise par une discontinuité indéterminée en bordure de contact. L'analyse est alors très complexe et il est difficile d'évaluer correctement le chargement qui est imposé au matériau. De plus, la mise en glissement entraîne des mésalignements qui accentuent encore les effets de bords. A cette configuration sont donc préférées les deux autres configurations à savoir ; les contacts cylindre-plan et sphère-plan. Tous deux sont décrits par l'analyse de Hertz [8] en indentation normale en appliquant les principes de l'élasticité linéaire. Les distributions des contraintes dans le plan du contact cylindre-plan glissant sont données par M'Evan [9] pour les conditions de déformation plane (analyse élastique). Les distributions des chargements élastiques dans le plan du contact sphère-plan glissant sont introduites par Hamilton et Goodman [10] en 1966 puis explicitées sous une forme simple par Hamilton [11] et Sackfield et Hills [12]. Dans la suite de notre manuscrit, nous expliciterons en détail l'approche de Hamilton pour l'analyse du contact sphère-plan. Des informations plus complètes sur la mécanique des contacts peuvent être trouvées dans les ouvrages de références de Johnson [13] et de Hills et al. [14] [15].

### I.1.3. Conditions de sollicitation

Dans la littérature, deux catégories d'essai pour étudier le fretting sont utilisées (fig. I-2):

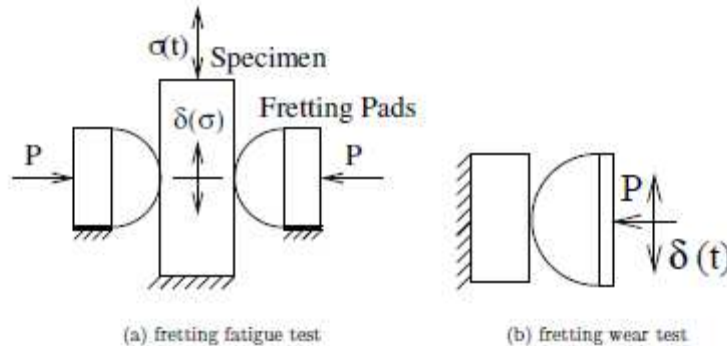


Fig. I-2: Les essais de fretting : a) test de "fretting fatigue" ; b) test de "fretting wear" ou "fretting simple"

- **L'essai de fretting-fatigue** (fig. I-2a) : une éprouvette de traction est soumise à des sollicitations de traction répétée. Sur ses faces, des patins (plan, cylindre-sphère) sont appliqués avec une force normale fixée. C'est la déformation relative entre l'éprouvette de traction et le système de fixation des échantillons frottant qui génère la sollicitation du contact. Le cycle de chargement imposé au matériau résulte donc de la superposition de la composante locale du contact et du chargement de fatigue homogène imposée à l'éprouvette. Dans cette configuration les fissures apparaissent toujours au niveau du contact : le fretting contrôle l'amorçage alors que la fatigue contrôle une composante de propagation. Cet essai permet de quantifier l'influence du contact et des sollicitations de fretting sur la durée de vie en fatigue par le biais des courbes de Wöhler avec lesquelles il est d'usage de calculer les "coefficients d'abattement" [16]. Cependant avec ce montage il est difficile de découpler le chargement du contact, de la sollicitation extérieure. Enfin, il est souvent difficile de mesurer les débattements et ainsi de pouvoir tracer les cycles de fretting.
- **L'essai de fretting-wear** (fig. I-2b) : Cet essai est identique à un essai de frottement linéaire alternatif pour lequel l'amplitude de glissement est inférieure à la dimension du contact. Il consiste à mettre en mouvement linéaire (pot vibrant ou vérin hydraulique) une des deux pièces en contact : d'habitude le plan est fixé et

uniquement sollicité par le cylindre ou la sphère plaqué par un effort normal et soumis à un déplacement relatif imposé de l'extérieur. Souvent utilisé pour étudier l'usure, ce type de contact peut en outre être à l'origine de fissurations très profondes. L'avantage majeur de cette configuration est donc de pouvoir caractériser l'initiation de la fissuration, induite par la sollicitation du contact seule, et aussi de mesurer et de contrôler plus facilement le débattement. Cet essai est par ailleurs très bien adapté à l'analyse de l'usure.

#### **I.1.4. Condition de glissement**

La configuration d'essai de fretting la plus largement utilisée dans le domaine de la tribologie est le contact sphère-plan. Ainsi Morhbacher [17] a défini trois modes de fretting pour cette configuration (fig. I-3) :

- ✓ Mode I : déplacement linéaire,
- ✓ Mode II : déplacement radial,
- ✓ Mode III : déplacement circonférentiel.

Le mode I est le plus étudié car il est plus facile à mettre en œuvre et plus représentatif de la plupart des contacts industriels. Cependant les autres modes trouvent aussi des applications industrielles qui ne doivent pas être écartées. Le mode II est observé dans des systèmes industriels comme les roulements ou les contacts électriques. Le mode III quant à lui est observé plutôt dans l'industrie nucléaire ou pétrolière.

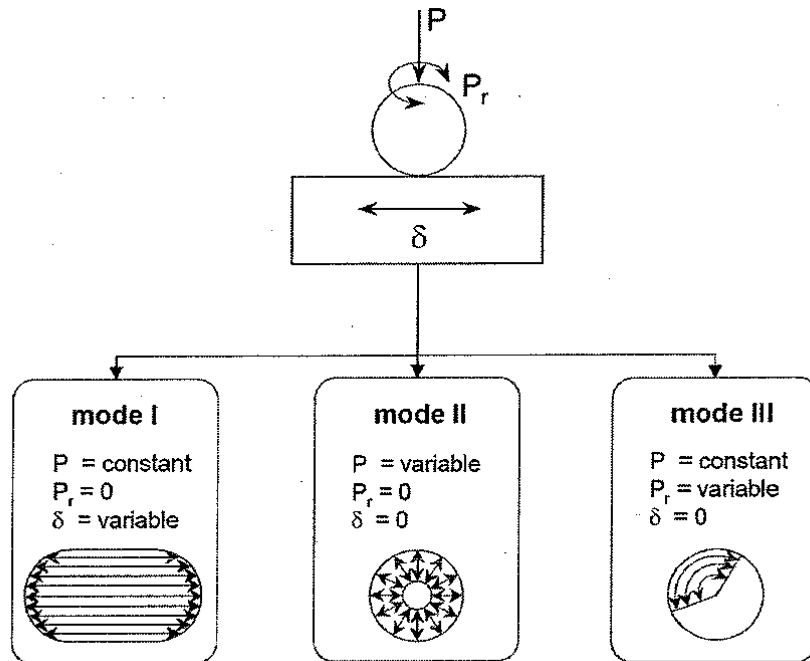


Fig. I-3 : Représentation schématique des trois modes de fretting rencontrés d'après Morhbacher [17].

Dans cette partie et dans le reste de notre travail nous étudions seulement les phénomènes de fretting liés au mode I.

La sollicitation de fretting en glissement alternatif est comprise entre quelques micromètres et plusieurs centaines de micromètres [18], [19], [20], [21]. Il faut noter que cette valeur est étroitement liée à la dimension du contact. Fouvry [22] introduit le rapport  $e$  entre l'amplitude de glissement  $\delta_g$  et la demi-largeur de contact dans la direction de glissement  $a$  :

$$e = \frac{\delta_g}{a} \quad (\text{I-1})$$

On considère classiquement que la condition de fretting est atteinte pour une valeur de  $e$  inférieure à 1. Ainsi l'amplitude de glissement reste inférieure à la dimension du contact. Ceci entraîne que le centre du contact n'est pas exposé à l'air ambiant (fig. I-4). En revanche, on se trouve dans un glissement alterné réciproque.

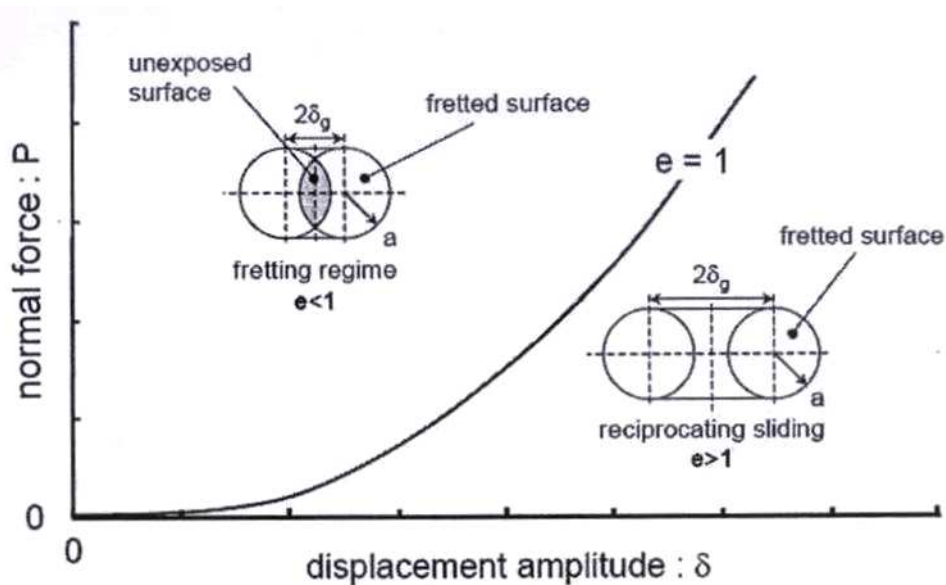


Fig. I-4 : Définition du fretting par rapport à la condition de glissement alterné [22].

Les essais de fretting sont caractérisés par: *le déplacement ( $\delta$ ), l'effort normal ( $P$ ), et l'effort tangentiel ( $Q$ )*. L'enregistrement en continu de ces signaux permet de tracer les cycles de fretting  $Q - \delta$  [23]. Pour une charge normale donnée ( $P$ ) l'évolution de la force tangentielle ( $Q$ ) de contact peut induire deux conditions de glissement : le Glissement Partiel et le Glissement Total. Ces deux conditions se caractérisent alors par un cycle de fretting ( $Q - \delta$ ) particulier (fig. I-5).

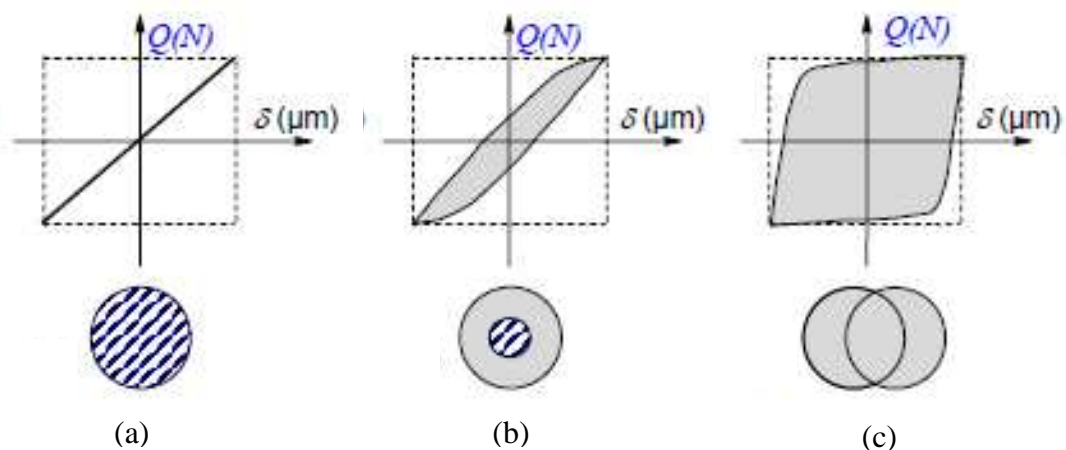


Fig.I-5 : Les trois types de cycle de fretting  $Q - \delta$  : a) condition de collage ; b) condition de glissement partiel(GP) ; c) condition de glissement total (GT).

La condition de Glissement Partiel (GP) est caractérisée par un cycle de fretting fermé et elliptique (l'évolution  $Q - \delta$ ) et par une bi-structure au niveau du contact.

a) le cycle  $Q - \delta$  fermé est associé à une évolution linéaire entre l'amplitude de la force tangentielle et du débattement. Entre les surfaces un champ de pression est appliqué qui maintient collé les deux surfaces. Lorsque l'on impose un déplacement relatif très faible entre les surfaces, l'accommodation élastique engendre une distribution de cisaillement entre les surfaces «  $q(x,y)$  ». Tant que localement l'amplitude de celui-ci reste inférieure à la condition de glissement tel que  $q(x,y) = \mu \cdot p(x,y)$  la réponse est linéaire et le cisaillement local est proportionnel aux déformations locales en cisaillement des massifs. Dans le cas contraire, le contact part localement en glissement et le cisaillement associé est constant. Cette condition correspond en général à des amplitudes de  $Q$  et  $\delta$  très faibles de sorte que la zone de glissement est limitée aux bords extrêmes du contact. L'évolution du cycle  $Q-\delta$  est donc très fermée que l'on associe abusivement à une condition de « collage » (figure I- 5a) ;

b) le cycle  $Q - \delta$  est elliptique (déformé): au cours du mouvement,  $Q$  n'évolue plus linéairement avec  $\delta$  (fig. I-5b). Ainsi nous pouvons apercevoir une zone collée et une zone de glissement de forme annulaire beaucoup plus importante que pour la condition de collage souvent appelée anneau de glissement dans le cadre du contact sphère/plan, (fig. I-6).

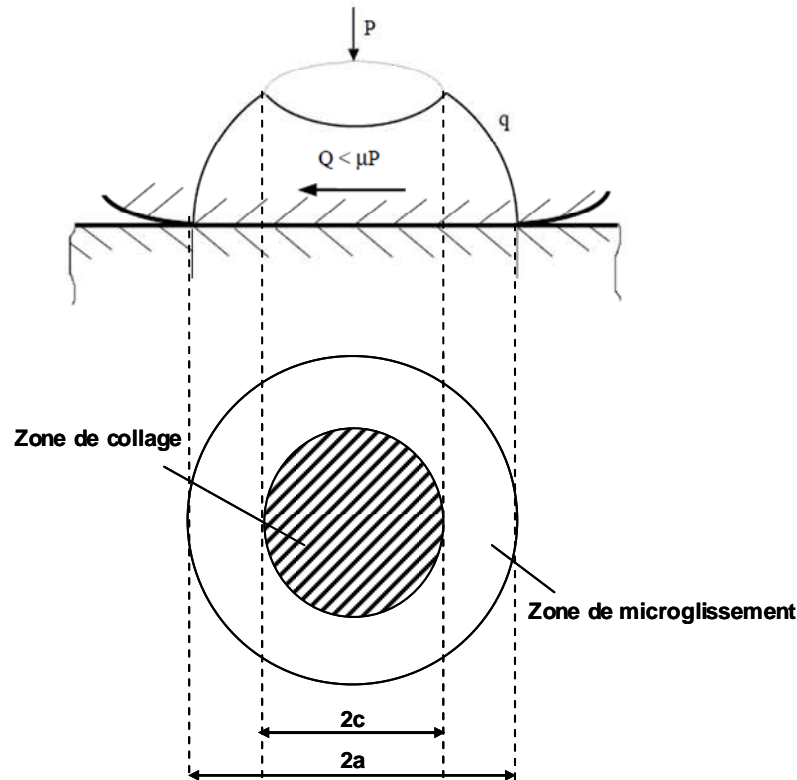


Fig. I-6 : Répartition des contraintes de cisaillement ( $q$ ) au niveau du contact sphère-plan dans le glissement partiel [5].

Si la rugosité est importante la zone collée peut être définie comme une multitude de petites zones correspondant au contact entre aspérités. En augmentant l'amplitude de glissement, la taille de la zone collée diminue. Une analyse élastique des contacts sphère/plan et cylindre/plan [5] permet d'expliciter les champs de pression et de cisaillement en surface (fig. I-6). L'augmentation du déplacement macroscopique provoque l'augmentation de l'amplitude des distributions de cisaillement et par conséquent, la proportion des domaines glissants dans le contact. Dans la zone de glissement, en considérant une loi de frottement de type Coulomb, nous avons :  $q(x,y)=\mu.p(x,y)$  et dans la zone collée :  $q(x,y)<\mu.p(x,y)$ . Dans le cas d'un contact cylindre/plan élastique la dimension de la zone collée s'exprime par la relation suivante :

$$k = \frac{c}{a} = \left(1 - \frac{Q}{\mu P}\right)^{1/3} \tag{I-2}$$

Avec  $a$  – demi largeur de contact et  $c$  – largeur de la zone collée [13], [5]. C'est pourquoi la réponse macroscopique  $Q=f(\delta)$  n'est pas linéaire, mais représentative d'un comportement composite entre des contacts glissants et des contacts collés.

La condition de Glissement Totale (GT): est caractérisée par un cycle  $Q - \delta$  rectangulaire: pour des déplacements importants l'amplitude de l'effort tangentiel n'est plus dépendante de l'amplitude du débattement et le contact est en glissement total (figure I-5c).

Une synthèse des distributions de contraintes de cisaillement pour les différentes conditions de glissement est présentée sur la figure I-7.

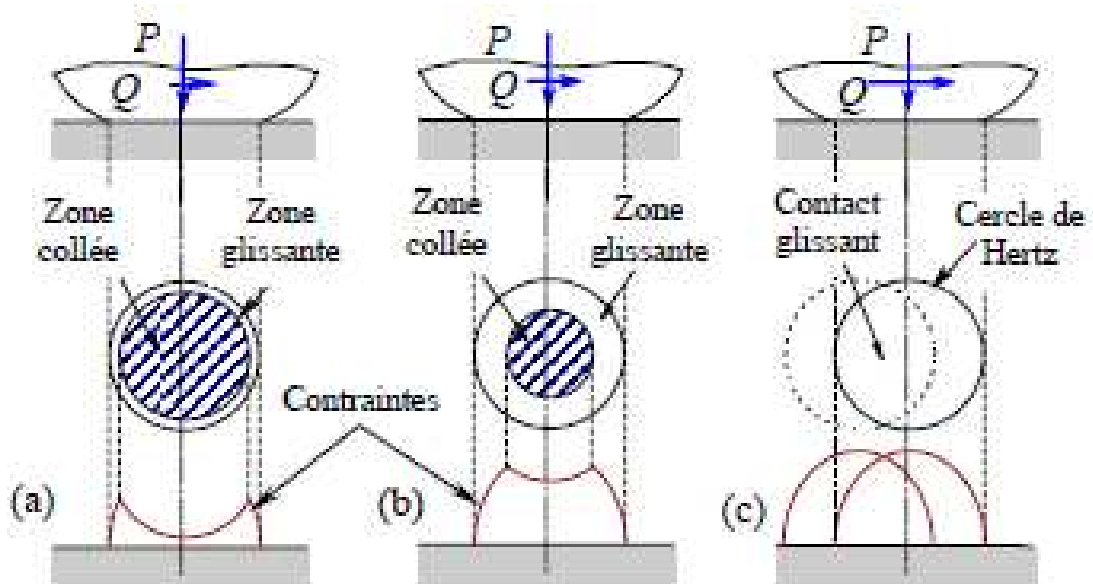


Fig.I-7 : Application d'une force tangentielle à un contact sphère-plan chargé :

a)  $Q \ll \mu P$  ; b)  $Q < \mu P$ , c)  $Q = \mu P$ .

### I.1.5. Critères de transition

Ainsi, pour une force normale, une géométrie et un matériau donné, deux conditions de glissement peuvent être activées au niveau de l'interface en fonction de l'amplitude de déplacement. Il existe une transition qui sépare ces deux conditions (figure I-8). Ce n'est pas toujours évident de la définir précisément. Il est nécessaire donc d'établir des critères, permettant de séparer ces deux conditions de glissement. A partir de l'analyse quantitative des cycles, Fouvry [24], [25] a établi trois critères pour le contact sphère/plan: le critère



énergétique dit « A », le critère de glissement dit « B » et le critère indépendant du montage dit « C ».

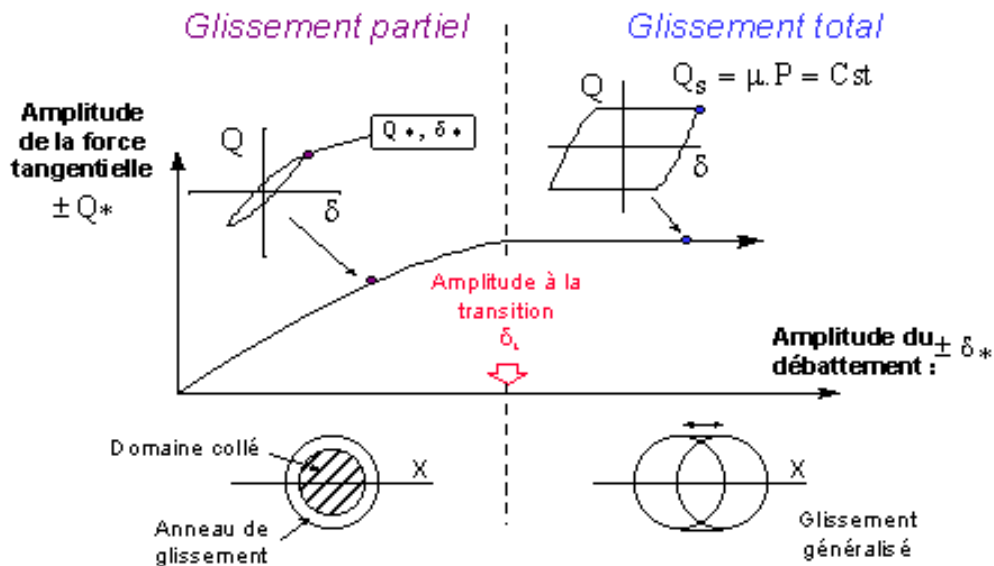


Fig. I-8 : Critères de transition entre le régime de glissement partiel et le régime de glissement total pour un contact sphère/plan.

Dans la suite de ce travail on utilisera le critère « A » afin de définir la transition entre deux conditions de glissement. Il est défini comme le ratio entre l'énergie dissipée du cycle « Ed » et l'énergie dite total  $E_t = 4 \cdot \delta^* \cdot Q^*$  qui correspond à l'énergie dissipée pour un système de raideur tangentielle infinie.

$$A = E_d / E_t \tag{I-3}$$

Si  $A > A_t$ , le contact est en glissement total

Si  $A < A_t$ , le contact est en glissement partiel

Avec  $A_t = 0,2$  la valeur à la transition de glissement.

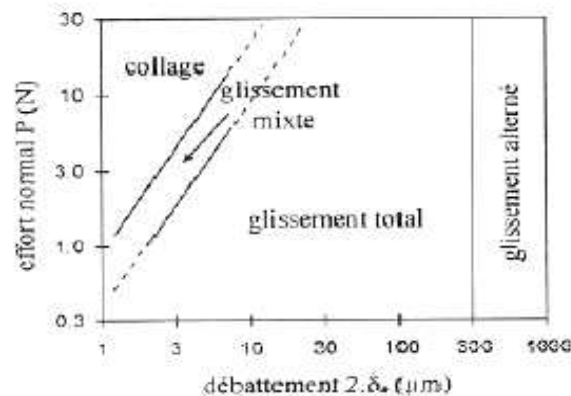
### I.1.6. Cartes de sollicitations locales

Il est nécessaire de connaître dans l'espace les variables de chargement, les domaines respectifs des conditions de glissement partiel et glissement total.

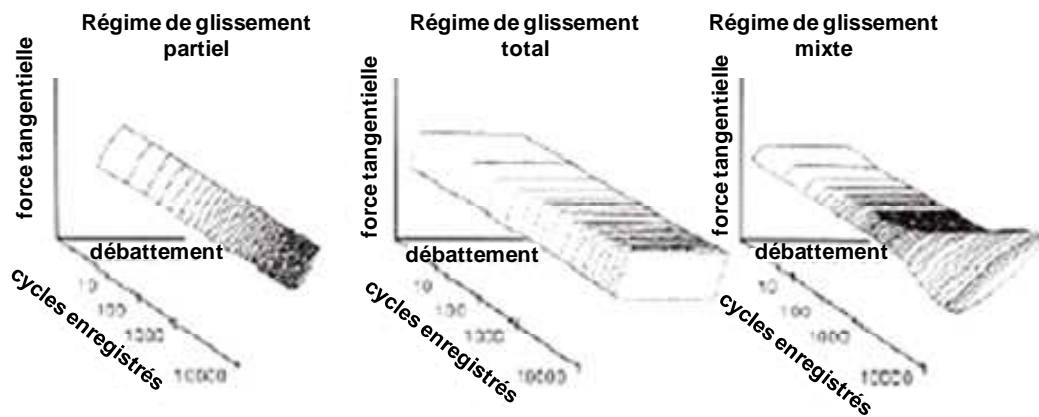
C'est Vingsbo en 1988 [26] qui, définissant la condition limite de glissement total, dresse les premières cartes de glissement de fretting pour le contact sphère/plan. La transition

de glissement est d'abord tracée dans un plan en deux dimensions en fonction de l'effort normal, du débattement ou de la fréquence (figure I-9a).

Pour tenir compte de l'évolution du contact en fonction du temps et mettre en évidence des situations où le contact bascule d'une condition de glissement vers une autre durant l'essai, Colombié et al. (1986) [27], [23] ont introduit la bûche de fretting (figure I-9b). Les cycles de fretting sont tracés en fonction de la durée de l'essai en échelle logarithmique. L'évolution de la condition de glissement en fonction du nombre de cycles est considérée en termes de régime de glissement.



(a)



(b)

Fig. I-9: (a) Carte de fretting d'après Vingsbo [26]; (b) Bûche de fretting de trois régimes, d'après Colombié [27].

Considérant les cartes de fretting de Vingsbo et al. [26], Vincent et al. [28] utilisent les bûches de fretting pour tracer les cartes de régime de glissement. Les trois régimes sont définis comme suit :

- ✓ Le régime de glissement partiel est associé à un contact où la condition de glissement partiel maintenue constante durant toute la durée de l'essai,
- ✓ Le régime de glissement total est associé à un contact où la condition de glissement total maintenue constante durant toute la durée de l'essai,
- ✓ Le régime de glissement mixte est associé à un contact où la condition de glissement durant l'essai bascule d'une condition vers une autre.

Leurs domaines d'observation délimités dans le plan « effort normal-débattement ». On parle alors de carte de sollicitations locales. Cependant, cette carte est incomplète car elle ne prend pas en compte les matériaux et leurs dégradations.

## **I.2. ENDOMMAGEMENT DE SURFACE**

Il est admis que les endommagements par fretting concernent un grand nombre d'applications mécaniques et peuvent provoquer des ruptures catastrophiques. L'observation des pièces mécaniques après essai de fretting, correspondant aux différents régimes d'une carte de sollicitation locale, permettent d'établir différents types d'endommagement. De nombreux auteurs [29], [30], [31], [23], [32] s'accordent pour dire que l'endommagement rencontré en régime de glissement partiel est essentiellement l'amorçage et la propagation de fissures et que celui rencontré en régime de glissement total est essentiellement qualifié comme un enlèvement de matière par formation de débris qui peuvent être piégés au niveau du contact et former une couche protectrice appelée « troisième corps ». Ces deux systèmes sont habituellement étudiés indépendamment mais suivant certaines conditions ils peuvent entrer en compétition [33] [34], [35].

### **I.2.1. Fissuration**

L'étude de la fissuration en fretting a permis de développer deux axes majeurs de recherche dans le domaine ;

- ✓ Les groupes de recherche qui s'intéressent à la tenue en service (durée de vie) des matériaux soumis à des sollicitations de fretting et à une contrainte de traction uniaxiale cyclique (Fretting Fatigue).
- ✓ Les groupes de recherches qui s'intéressent à l'action unique de sollicitations de fretting entre deux corps en contact (Fretting Simple).

Cette deuxième voie s'inscrit plutôt dans la compréhension des mécanismes d'amorçage des fissures sous l'effet d'un chargement de contact caractérisé par de très forts gradients. Nous appliquerons cette démarche dans le cas de l'étude des polymères thermodurcissables.

#### *1.2.1.1. Fissuration lors des essais de fretting wear*

Les essais de fretting simple, contrairement aux essais de fretting fatigue, ne présentent pas de sollicitation extérieure de fatigue. De ce fait la propagation des fissures courtes en fissures longues n'est pas observée. D'habitude, ces fissures s'arrêtent dans le mode I. Cet essai est généralement considéré pour étudier la condition d'amorçage des fissures. Cependant il est possible de mettre en place, suivant la théorie élastique de Mindlin [5], une étude du chargement extérieur de fretting (effort normal et amplitude de débattement) sur le couple de matériaux en contact et d'en déterminer leurs influences respectives sur la longueur des fissurations. Chateauminois et al. [33] ont montré sur les polymères époxydes à la température ambiante que l'amplitude de débattement influence beaucoup la longueur des fissures. Plus l'amplitude est élevée plus la longueur est importante (fig. I-10). Il est nécessaire de préciser que dans leurs travaux ils ont défini deux types de fissures appelées : fissures primaires initiées au bord du contact et fissures secondaires initiées dans la zone du contact. L'étude de l'amorçage et de la propagation des fissures primaires de la résine époxyde est montrée dans la figure I-10.

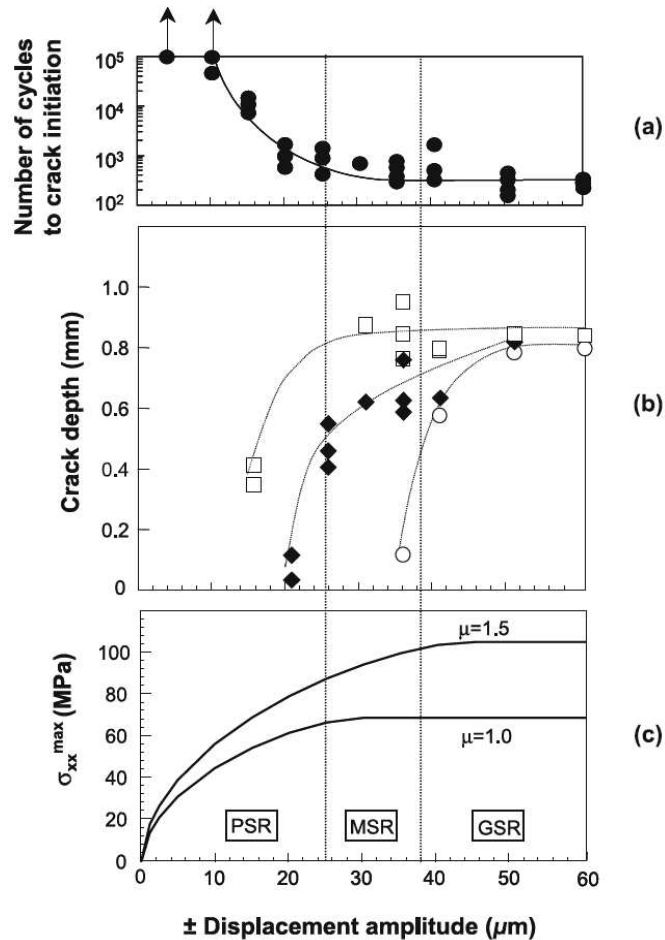


Fig. I-10 : Etude de l'amorçage et de la propagation des fissures primaires de la résine époxyde à la température ambiante [33] : a) évolution de nombres de cycles avant l'amorçage en fonction de l'amplitude de débattement ; b) évolution de la longueur de la fissure en profondeur en fonction de l'amplitude de débattement (carrés -  $5 \cdot 10^4$  cycles, ronds -  $10^3$  cycles) ; c) évolution des valeurs calculées des contraintes maximales de tension au bord du contact en fonction de l'amplitude de débattement

Finalement, le risque d'amorçage des fissures dans le matériau est relié à sa carte de réponse en fretting [36]. Chateaubinois et al. [37], [38], [39] ont aussi montré dans le cas de polymère époxyde et PMMA que l'amorçage des fissures dépend de différents régimes. Ils ont montré que les fissures s'initient plus vite dans les régimes de glissement total que dans le régime de glissement partiel et mixte (fig. I-10).

### I.2.2. Usure

Contrairement à l'aspect fissuration le phénomène d'usure sous sollicitations de fretting est moins bien formalisé car il doit prendre en compte des mécanismes beaucoup moins quantifiables tels que :

- ✓ La modification des surfaces par enlèvement de matière à l'interface,
- ✓ La présence d'un troisième corps actif à l'interface,
- ✓ Le flux des débris à l'intérieur et hors de la trace de contact,
- ✓ Les mécanismes de transfert,
- ✓ L'influence de l'environnement ( $O_2$ ,  $H_2O$ , ...),
- ✓ Le couplage entre les aspects thermodynamiques, physico-chimiques et mécaniques.

Deux grands courants de pensée ressortent pour définir la cinétique de l'usure: le premier, quantitatif, est dérivé du modèle d'Archard [40] qui analyse la dégradation en termes de volume usé : quantité de matière perdue aux cours de l'essai par rapport aux sollicitations imposées au système et des caractéristiques mécaniques, physiques et chimiques des massifs en contact. Le second, plus qualitatif, considère que l'usure n'est pas une propriété intrinsèque des matériaux et qu'il est nécessaire de prendre en compte le troisième corps présent à l'interface. Cette démarche a été introduite par Godet [41], [42]. Elle considère que le troisième corps est à l'origine du transfert de chargement d'un solide à l'autre. La dégradation n'est plus associée à un volume usé mais à la quantité de débris éjectés hors du contact.

#### *1.2.2.1. Approche quantitative*

Les cinétiques d'usure sont basées sur les relations de la mécanique des contacts. De nombreuses relations prennent en compte l'aire réelle de contact et les propriétés mécaniques des matériaux en contact comme leur module de Young ou bien leur dureté. Le modèle le plus représentatif est la relation élaborée par Archard [40]:

$$W_v = K \cdot L \cdot \frac{P}{P_m} \quad (\text{I-4})$$

où  $W_V$  – volume total usé,  $K$  – coefficient d'usure,  $L$  – distance de glissement,  $P$  – effort normale,  $P_m$  – pression de plastification locale associée à la limite de plastification du matériau. Cette formule est dérivée par Archard à partir d'une équation donnée par Holm [43], dans laquelle un coefficient adimensionné  $K$  a été introduit par souci de conformité entre la relation et les essais :

$$W_V = K \cdot \frac{P}{H} \quad (\text{I-5})$$

où  $W_V$  – volume total usé,  $P$  – effort normal,  $H$  – dureté du matériau « mou ». Le coefficient  $K$  est interprété par Archard comme étant la probabilité de former une particule d'usure entre les aspérités des deux massifs en contact. Cependant d'autres auteurs proposent différentes interprétations de ce coefficient [44], [45], [46]. Par ailleurs des modèles similaires [47], [48], [49] sont proposés.

Récemment il est possible de quantifier l'usure au travers de la formulation locale de la loi d'Archard [50]. Les tribologues considèrent que les contacts doivent être étudiés par une approche du système tribologique. L'énergie dissipée par frottement apparaît comme activateur principal des processus de dégradations des systèmes tribologiques.

Mohrbacher et al. [17] introduit le concept d'énergie dissipée cumulée pour des glissements bidirectionnels (Fretting mode I). L'énergie dissipée est calculée à partir du déplacement relatif des deux surfaces en contact ( $\delta$ ) et de la valeur de la force tangentielle  $Q$  correspondant donc à l'aire du cycle de fretting.

$$E_d = \sum Q \cdot \delta = 4 \cdot Q \cdot \delta^* \quad (\text{I-6})$$

Cette variable intègre différents phénomènes comme : la déformation plastique des massifs en contact [51], la création et l'éjection des débris [52], la thermodynamique du contact [53], etc.

Cette approche est largement validée en reliant le volume usé à la valeur de l'énergie dissipée, induite par le frottement, par une relation linéaire dans les cas des métaux, composites et céramiques [17], [31], [54], [24]. Sur la figure I-11 l'évolution linéaire de

volume d'usure en fonction de l'énergie dissipée accumulée est présentée pour le cas d'un contact acier rapide HSS revêtu ou non de TiN contre alumine [55]. La pente de cette relation permet de déterminer des coefficients énergétiques ( $\alpha$ ) pour ces systèmes tribologiques. En ce qui concerne les polymères à notre connaissance, aucune étude n'a été réalisée dans ce sens. Donc, on ne sait pas encore quelle relation sera établie entre le volume de l'usure et l'énergie dissipée.

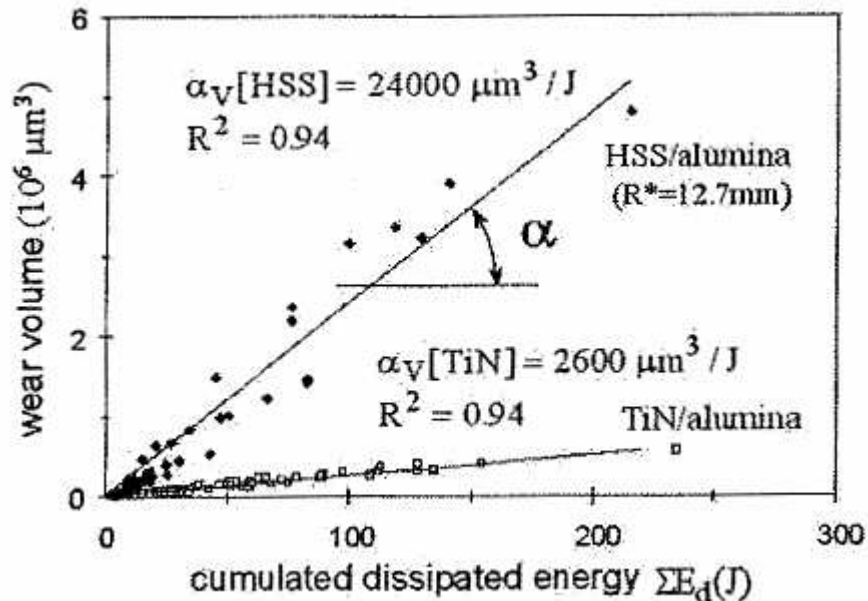


Fig. I-11 : Evolution du volume usé en fonction de l'énergie dissipée cumulée, contact acier rapide HSS revêtu ou non de TiN contre alumine [55].

#### 1.2.2.2. Approche « troisième corps »

L'approche dite du troisième corps a été introduite par Godet [41], [36], [42]. Celle-ci est basée sur une étude rhéologique du troisième corps présent à l'interface de contact et considère une quantité de débris éjectés du contact comme facteur contrôlant l'usure plutôt qu'une détermination quantitative d'un volume de matière éliminée des premiers corps. Ce troisième corps peut être introduit volontairement dans le contact (huile, graisse, lubrifiant solide...) ou bien être le produit de l'usure des deux corps en contact (lit de débris présent à l'interface du contact). Il participe à la transmission du chargement (en termes de déplacement, de vitesse et/ou de force) entre les deux solides en contact et peut donc indirectement diminuer la dégradation volumique des premiers corps.



A partir d'observations avancées de l'interface les auteurs proposent un formalisme décrivant les différents sites et processus présents à l'interface (fig. I-12). Le contact est défini par 5 sites  $S_i$  et 4 mécanismes  $M_j$ . Ainsi, il peut être décrit 20 configurations différentes. Cependant seulement 12 mécanismes sont possibles. Les 5 sites correspondent respectivement aux deux premiers corps en contact, au troisième corps et à deux écrans qui séparent le troisième corps des premiers corps. Les 4 mécanismes représentent la déformation élastique, plastique, la rupture et le roulement. Un mécanisme d'accommodation est donc décrit par un couple  $(S_i M_j)$ . Vincent [36] met en évidence des écrans ( $S_2$  et  $S_4$ ) sous sollicitations de fretting.

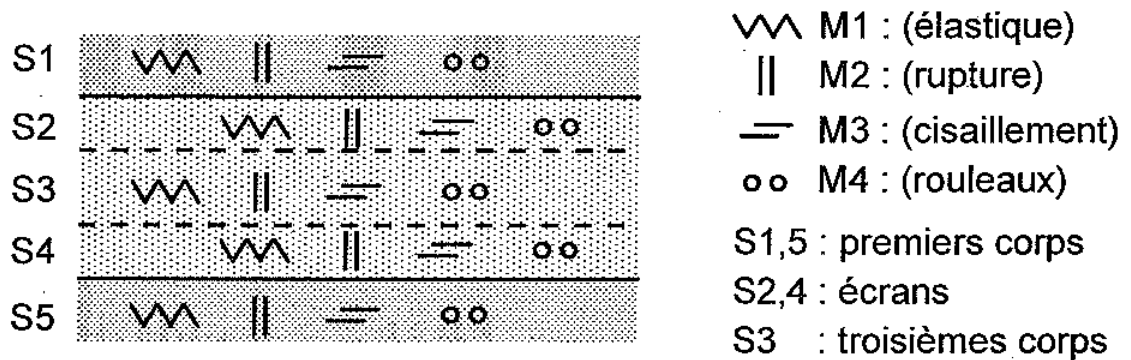


Fig. I-12 : Mécanismes d'accommodation dans le contact [42].

Ainsi l'usure correspond au volume de débris éjecté au cours de l'essai. Cette hypothèse peut être prise en considération par la formule suivante :

$$w = l \cdot \int_0^{h_d} u(y) dy \tag{I-7}$$

Où :  $l$  – longueur de contact,  $h_d$  – épaisseur de la couche de débris,  $u$  – distribution de gradient de vitesse des débris éjectés.

Ce modèle décrit relativement bien les mécanismes réels mais reste difficile à formaliser et ne permet pas une comparaison simple de différents tribosystèmes. Cette analyse permet l'interprétation de phénomènes tribologiques associés à l'action du troisième corps sur la diminution du coefficient de frottement ou l'aspect bénéfique de sa présence vis-à-vis de la

cinétique d'usure. Ceci permet notamment d'expliquer la grande différence des cinétiques d'usure observés pour les contacts piégeant (fretting) et les contacts non piégeant (frottement par passages successifs par exemple, glissements alternatifs réciproques, ...).

### **I.2.3. Usure des composites soumis aux sollicitations de fretting**

Le comportement tribologique des matériaux composites à renforts fibreux est encore mal connu. Leur large application dans l'industrie rend nécessaire l'étude de leur aptitude au frottement et à l'usure.

Plusieurs travaux [56] ont montré que la performance en usure des composites était influencée par le type de fibre, la nature de la matrice, l'interface fibre-matrice. Le comportement de matériaux concernant la direction de frottement a été étudié en montrant que le comportement tribologique est variable en fonction de l'orientation de la fibre par rapport au sens de mouvement [57], [58].

Dans le cas des composites unidirectionnels l'usure du composite dépend de l'anisotropie du matériau (isotropes transverses) notamment du champ de contraintes et de déformations traduisant la sollicitation due à un chargement normal et tangentiel que supporte le contact composite/métal, par exemple. Les composites les plus étudiés sont les unidirectionnels à matrice PEEK – résine thermoplastique ou époxy – résine thermodurcissable et à renfort verre, carbone ou aramide [56], [57].

La microstructure d'un composite unidirectionnel offre trois possibilités d'orientation de fibres par rapport au plan de contact et à la direction de frottement (fig. I-13).

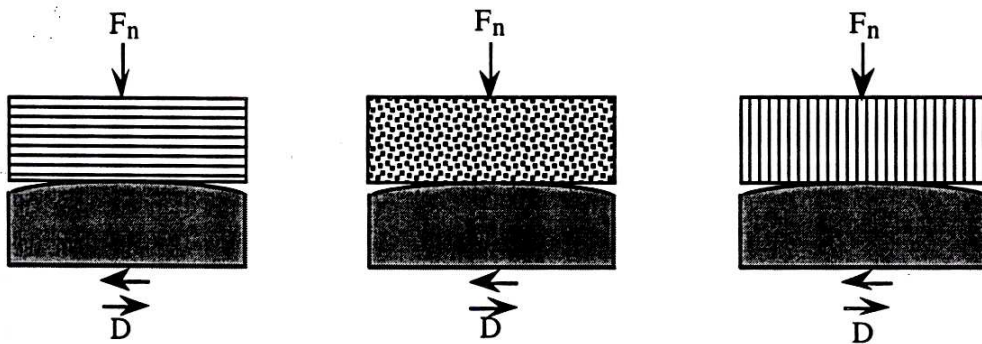


Fig. I-13 : Orientation de fibres par rapport au plan de contact et à la direction du frottement.

On distingue :

- ✓ l'orientation parallèle, notée P, quand les fibres sont dans un plan parallèle à celui du contact et sont parallèles à la direction du frottement ;
- ✓ l'orientation antiparallèle, notée AP, quand les fibres sont dans un plan parallèle au contact et sont perpendiculaires à la direction du frottement ;
- ✓ l'orientation normale, notée N, quand les fibres sont perpendiculaires au plan du contact.

Plusieurs études [59], [60], [61], [62], [63] montrent que le matériau composite agit différemment suivant qu'il est sollicité parallèlement ou perpendiculairement à la direction des fibres. On prouve que pour les composites l'orientation des fibres par rapport au plan de contact et à la direction du frottement est le paramètre majeur en fretting. Certains auteurs [59], [62], [63] disent que l'usure de composite est faible si les fibres ont une orientation normale.

Sung et col [62] ont essayé d'interpréter les mécanismes de dégradation qui ont lieu selon les diverses orientations, au cours du frottement d'un composite unidirectionnel graphite/époxy et aramide/époxy, et de les relier aux mécanismes d'usure. Ils ont lié cela au processus de décohésion à l'interface fibre-matrice qui se produit durant la sollicitation de contact. Dans le cas de l'orientation normale la décohésion est amorcée à la surface de contact, puis se propage peu en profondeur le long de la fibre. Ceci est dû à l'atténuation, à une courte distance du bord, de la composante de la contrainte de tension responsable de la

décohésion. En plus, la déformation de fibres orientées perpendiculairement est gênée par la présence de fibres voisines et de ce fait leur rupture est rendue difficile. En ce qui concerne les fibres orientées parallèlement à la surface de contact (cas de l'orientation P ou AP), l'amorçage de fissures peut se produire soit à la surface, soit à l'interface fibre-matrice à une courte distance de la surface où la composante de la contrainte de tension perpendiculaire au plan de contact est maximale. Une fois amorcées, les fissures se propagent sous l'action d'un chargement cyclique et la longueur de décohésion croît. Ainsi, la séparation de fibres s'accroît. Les fibres séparées rompent facilement et accroissent ainsi la vitesse d'usure. Les différences entre l'orientation P et AP sont moins claires bien que la décohésion soit plus importante dans le cas AP.

K. Friedrich [59] note que dans les cas de l'orientation normale (N), le composite est plus résistant vis-à-vis de l'usure que dans le cas de deux autres directions même si le coefficient de frottement est plus élevé. Le même auteur montre que l'usure de la matrice d'époxyde est plus basse que dans le cas de matrice à base de polyimide.

Suite à l'analyse du comportement tribologique des composites à matrice métallique (alliage de cuivre) renforcée par des fibres de carbone [63], l'orientation N donne une vitesse d'usure beaucoup plus faible que l'orientation P ou AP. Dans le cas de l'orientation normale, les particules d'usure sont petites (leur taille est inférieure à 10 $\mu$ m) et sont tributaires de la distance moyenne entre les fibres et du degré de compression que peuvent supporter ces dernières sans être rompues. Toutefois, le cas de l'orientation AP présente de longs segments de fibres pouvant s'arracher de la matrice.

Ohmae et al. [64] ont étudié l'usure de composites unidirectionnels carbone/époxyde contre antagoniste en acier en fretting. Il a aussi choisi les trois directions classiques d'orientation des fibres (P, AP, N). Les mêmes auteurs constatent que pour l'orientation P le coefficient de frottement est le plus faible et une bonne tenue à l'usure est constaté associé à un quasi non endommagement du matériau grâce aux propriétés autolubrifiantes des fibres de carbone (fig. I-14). La différence entre les volumes d'usure obtenus avec N et AP, malgré des coefficients de frottement similaires, serait due au déchaussement des fibres de carbone en orientation AP.

Cependant, l'orientation AP des fibres dans certain cas peut jouer un rôle important, permettant de diminuer le taux d'usure grâce à la création du troisième corps, composé de débris de fibres et de matrice à l'interface entre les deux antagonistes [60], [56], [61]. L'orientation AP est favorable pour les débris car ils sont piégés dans les zones entre deux fibres adjacentes et forment ainsi un « lit de débris » qui protège les premiers corps de l'usure.

L'orientation normale (N) de fibres n'est pas toujours favorable pour diminuer l'usure de composite. Turki [56] montre que l'endommagement de l'interface composite UD/alliage d'aluminium est plus sévère dans le cas de l'orientation N de fibres (dommage en profondeur peut atteindre quelques millimètres) que dans le cas de l'orientation P ou AP où le dommage en profondeur ne dépasse pas 40 $\mu$ m.

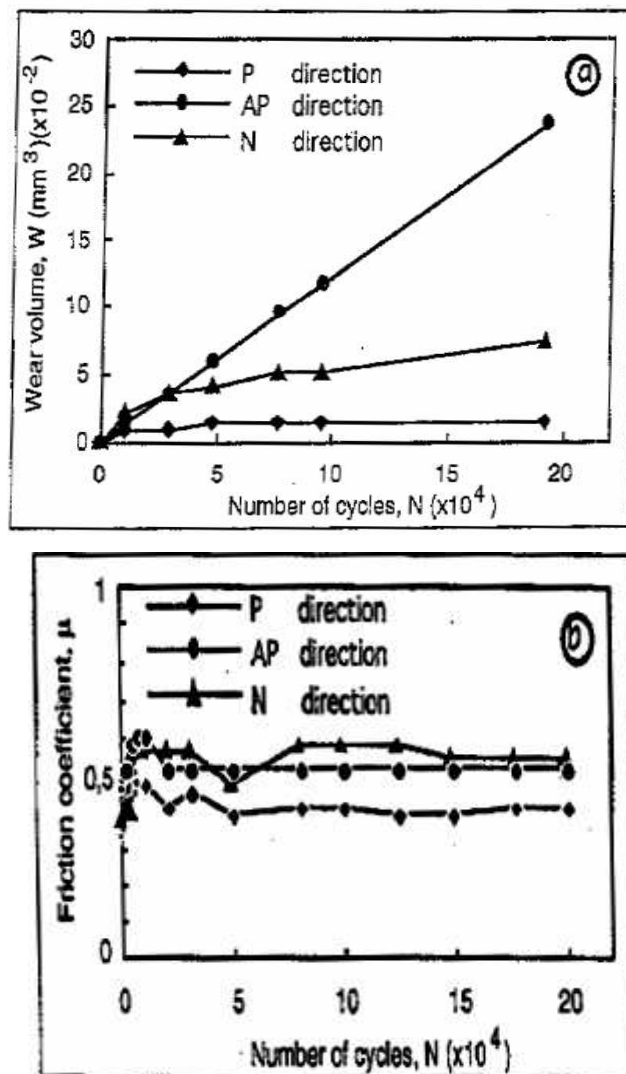


Fig. I-14 : a) Usure du composite ; b) Coefficient de frottement pour un contact plan/plan (acier/composite carbone-époxy) ( $\delta^* = \pm 200 \mu\text{m}$ ) [64].

En conclusion, les différents mécanismes d'endommagement même s'ils sont parfois contradictoires, pour les différents types de matériaux composites étudiés, ont mis tous en évidence leur dépendance de la nature de la fibre, de la matrice et de l'antagoniste. L'effet de l'orientation du renfort ne peut pas être étudié indépendamment de celui de la matrice, du type de la fibre et de l'antagoniste (fig. I-15).

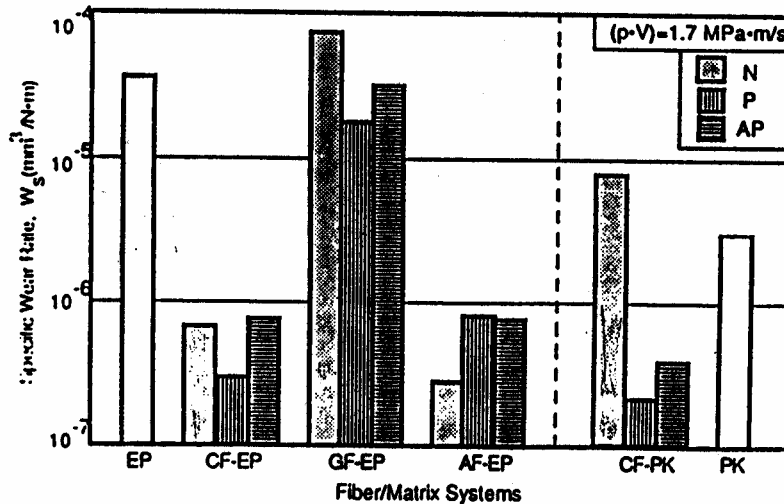


Fig. I-15. Effet de la nature de la fibre, de la matrice et de l'orientation des fibres sur la vitesse d'usure spécifique d'un matériau composite [56].

### 1.2.3.1. Influence de la matrice sur l'usure

Dans ce travail notre choix de la matrice est basé sur les polymères. Ces matrices interviennent dans la réponse d'un matériau composite au fretting par leurs caractéristiques superficielles et certaines de leurs propriétés mécaniques. Des expériences ont été menées sur des polymères non renforcés afin de révéler leur contribution au comportement du matériau composite. Les auteurs ont fait attention au mécanisme de formation du troisième corps et à la rhéologie de ce dernier. Par exemple, l'observation des surfaces de deux polymères de deux types différents : époxyde (EP) thermodurcissable et polyétherétherketone (PEEK) thermoplastique, après frottement contre un anneau d'acier, permet de détecter quelques différences [65]. L'époxyde présente une surface fissurée à l'aspect fragile conduisant à la formation de débris de grande taille. Quant à la surface du PEEK d'apparence relativement lisse, elle est constituée de microfissures perpendiculaires à la direction de frottement. Ces microfissures résultent de la rupture de plaques de polymère suite à l'adhésion de ce dernier à l'acier, un film de transfert est ainsi établi sur l'antagoniste en acier. Ce film est responsable

des valeurs relativement faibles du coefficient de frottement et de la vitesse d'usure comparées à celles mesurées dans le cas de l'époxyde.

Le comportement rhéologique du troisième corps et l'aptitude à la formation d'un film de transfert sont étroitement liées à la morphologie du polymère [65], [66]; la pression de contact [67], la température [68], la vitesse de déformation interfaciale [69], la durée effective du contact et l'environnement [70].

Deux comparaisons de deux grandes classes du polymère différentes nous ont montré que la ténacité du polymère joue un rôle important sur sa résistance à l'usure. L'influence de la ténacité d'un polymère sur son comportement en fretting a été confirmée par Dahmani [71]. Il a constaté la création rapide d'un lit de débris dans le contact polyméthacrylate de méthyle/acier comparé au contact polycarbonate/acier. Le polycarbonate a en effet une ténacité plus élevée que celle du polyméthacrylate de méthyle ( $K_{IC}(\text{PMMA})=1,2 \text{ MPa (m)}^{1/2} < K_{IC}(\text{PC})=3,2 \text{ MPa (m)}^{1/2}$ ). Le lit de particules détachées assure la portance au niveau des surfaces. Cependant, la résistance à l'usure dans le cas de matrice fragile comme l'époxyde peut être améliorée si on ajoute le renfort. Dans ce cas la vitesse d'usure de ce composite est inférieure à celle même d'un composite à matrice PEEK [72].

#### *1.2.3.2. Influence de renfort sur l'usure*

La nature des fibres et leurs fractions volumiques sont deux paramètres importants qui influencent forcément sur le comportement à l'usure des composites. Plusieurs travaux précisent que les orientations parallèles des fibres de carbone et normales de fibres d'aramide offrent la plus faible cinétique d'usure [72]. Frottant contre un acier du type 100Cr6, un composite à fibre de carbone ou d'aramide crée un film de transfert jouant un rôle bénéfique en tant que protecteur des solides au contact et accroissant de ce fait leur résistance au fretting [72]. Les propriétés de lubrification des fibres de carbone et le comportement ductile des fibres d'aramide semblent garants de cette performance en opposition avec les fibres de verre à caractère fragile, dont la rupture excessive donne naissance à de petites particules.

D'autres travaux montrent que deux fibres de la même classe mais de propriétés mécaniques différentes agissent diversement en fretting : par exemple, la fibre de carbone « haut module », HM et « haute résistance », HT [56]. Les fibres haute résistance (HT) sont

considérées plus résistantes à l'usure mais aussi plus sensibles aux propriétés de l'antagoniste que les fibres haut module.

Afin de tenir compte de l'effet de la fraction volumique des fibres sur le comportement d'un matériau composite en frottement et en usure, Tsukizoe et Ohmae [73] ont proposé une loi des mélanges qui donne le coefficient de frottement d'un composite  $\mu_c$  connaissant celui de la fibre  $\mu_f$  et celui de la matrice  $\mu_m$ . Nous avons :

$$\frac{1}{\mu_c} = \frac{V_f}{\mu_f} + \frac{V_m}{\mu_m} = \frac{V_f}{\mu_f} + \frac{1}{\mu_m(1-V_f)} \quad (\text{I-8})$$

Où  $V_f$  est la fraction volumique des fibres,  $V_m$  – celle de la matrice.

Des mesures du coefficient de frottement sont effectuées pour diverses fractions volumiques des fibres dans le cas de composites unidirectionnels à matrice organique et sont comparées par la suite aux valeurs calculées. La concordance trouvée entre les résultats théoriques et expérimentaux confirme les hypothèses faites concernant les caractéristiques mécaniques de la fibre et de la matrice. Ceci est relativement vrai à faible charge appliquée et à basses vitesses de glissement, pour lesquelles la rupture du composite à la surface de contact ne peut pas avoir lieu.

Certains travaux montrent que le taux d'usure baisse quand le taux de renfort augmente [74], [75], [76]. Cependant il faut faire attention au taux de renfort trop élevé car on peut observer l'effet inverse [77]. Ce phénomène est lié à une insuffisance d'adhérence entre les fibres et la matrice due à la diminution de la quantité de résine dans le matériau (manque de liant entre les fibres).

#### *1.2.3.3. Influence de l'interface sur l'usure*

L'interface fibre-matrice joue un rôle considérable dans le transfert de charge de la matrice à la fibre et accommode une partie du déplacement lors du fretting. Tsukizoe et Ohmae [58] indiquent clairement l'importance d'une bonne adhésion interfaciale interne pour vaincre l'usure.



De même Eliezer [78] précise, à travers l'étude du frottement et de l'usure des composites à matrice métallique renforcée par des fibres de carbone, qu'une interface assurant une bonne liaison entre la fibre et la matrice améliore la résistance à l'usure du composite. La qualité de l'interface dépend en partie du revêtement des fibres.

#### *1.2.3.4. Influence d'antagoniste sur l'usure de composite*

Différentes études [79], [80], [60], [81], [76], [82], [83] ont porté sur l'étude de l'influence de la nature de l'antagoniste et de sa topographie sur le comportement des matériaux composite en fretting.

Herrington et Sabbaghian [82] montrent l'importance du type de l'antagoniste et de sa préparation à la suite d'essais de frottement conduits sur un composite carbone/époxyde contre un métal tel que l'acier inoxydable, l'acier galvanisé, le cuivre... l'acier galvanisé offre la plus faible valeur du coefficient du frottement résultante de la couche de zinc relativement ductile.

Parallèlement, Jacobs et al. [76] établissent une hiérarchie claire des renforcements fibreux vis-à-vis de leurs résistances à l'usure : les fibres d'aramide procurent la meilleure résistance à l'usure, suivies des fibres de carbone puis de celles de verre dans le cas d'un système composite/alliage d'aluminium. Cependant, les fibres de carbone montrent le meilleur comportement face à un acier bien poli [81].

K. Friedrich et al. [83] confirment l'influence de la rugosité de l'antagoniste aux vues des résultats obtenus dans le cas d'un contact acier/composite à matrice de type PEEK.

#### *1.2.3.5. Composite hybrides*

Friedrich [59], [76] a essayé de concevoir un composite qui regroupe différents types de renforts afin d'avoir des propriétés optimales. Il montre que la combinaison au sein d'une même matrice de différentes fibres, sous différentes orientations, peut conduire à des propriétés tribologiques meilleures que celles présentées par les différentes fibres et orientations considérées individuellement. Il a proposé un modèle de composite avec une bonne résistance globale à l'usure. Ce matériau a été mis en œuvre par hybridation tridimensionnelle d'un tissu de carbone dans le plan (directions P et AP) et de fibres d'aramide en orientation N. La matrice préconisée est un polymère thermoplastique dur et

résistant à l'usure tel que le PEEK (fig. I-16). Une telle architecture de composite permet d'arrêter la propagation des fissures en volume et éventuellement faciliter la formation du troisième corps qui diminue la cinétique d'usure des composites.

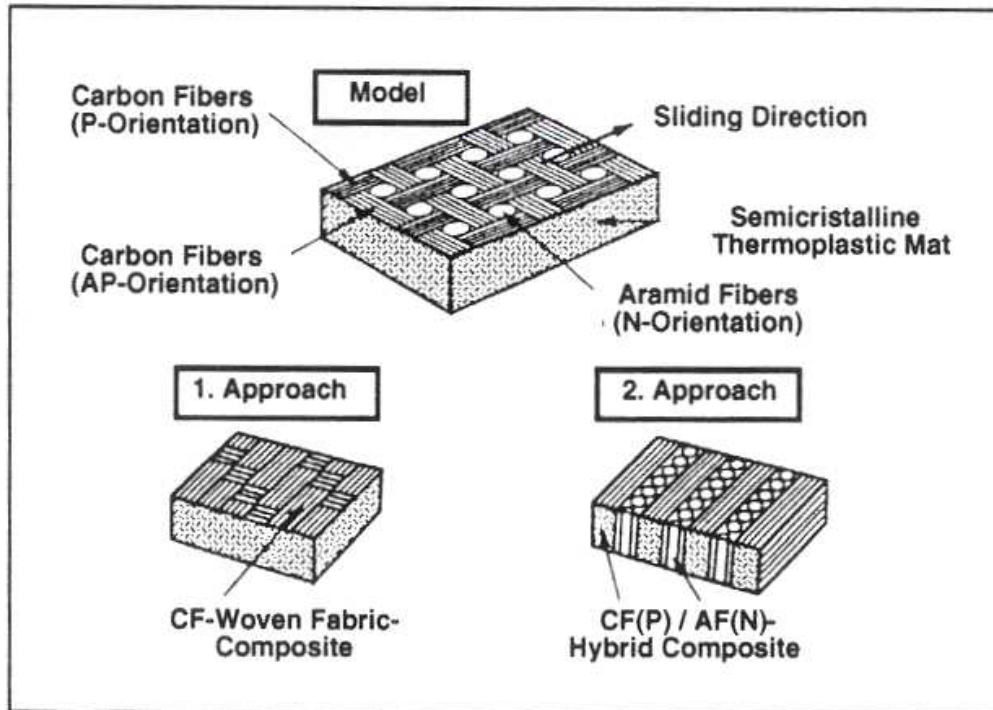


Fig. I-16 : Conception d'un composite hybride doté d'une bonne résistance à l'usure [76].

### I.3. CARTE DE RÉPONSE DU MATÉRIAU

Il est possible de compléter les cartes de sollicitation locale, en se basant sur l'observation des endommagements du matériau après le fretting. C'est Blanchard et al. [84] qui ont introduit en premier la notion de carte de réponse du matériau (Material response fretting map, figure I-17) indiquant, en plus des régimes de glissement, les dégradations observées pour un couple de matériaux en contact. La différence entre les deux cartes est que : les cartes de sollicitation locale (RCFM) permettent d'établir les différents régimes de glissement dans le contact en fonction de la force normale et du débattement imposés et d'autre part, les cartes de réponse des matériaux (MRFM), déduite après expertise des traces de fretting où les différents endommagements, usure et fissuration, sont reportés suivant les mêmes axes ( $F_N$ ,  $\delta^*$ ). Les deux « cartes » sont importantes pour décrire expérimentalement la réponse de l'interface vis-à-vis des sollicitations de fretting.

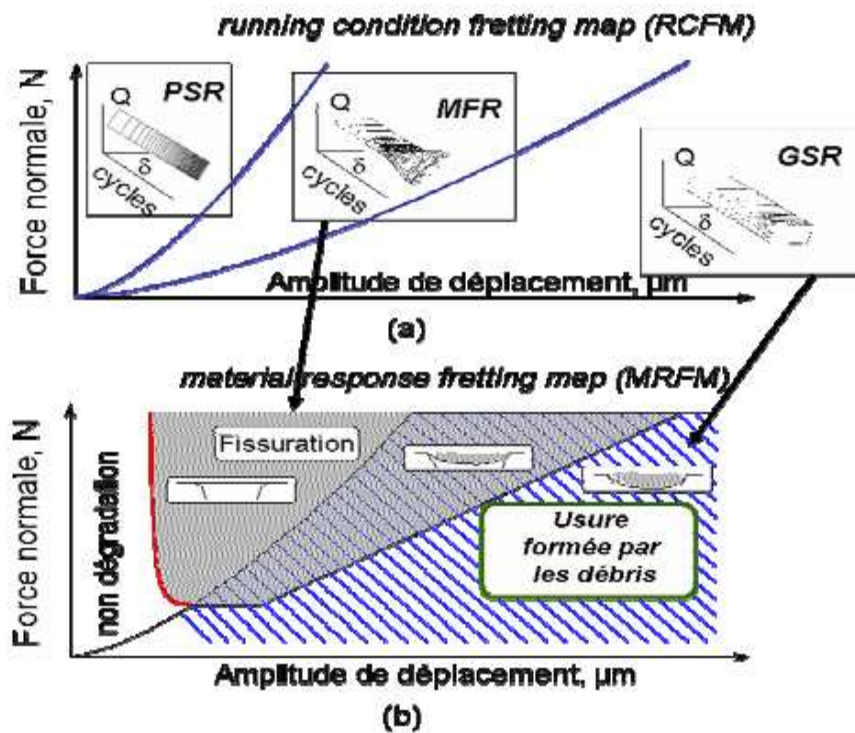


Fig. I-17 : Carte de fretting : a) carte de sollicitation locale (CSL) ; b) carte de réponse du matériau (CRM).

## I.4. PROTECTION CONTRE LE FRETTING

Les sollicitations de fretting peuvent avoir de dangereuses répercussions sur le fonctionnement d'un système mécanique, il devient ainsi nécessaire de prédire ces endommagements.

### I.4.1. Méthodologie de détection de l'endommagement en fretting

La méthodologie est basée sur une approche développée par Fouvry [24]. Cette méthode consiste à identifier, face à un contact soumis à des sollicitations de fretting, les conditions de glissement au travers du calcul des coefficients A, B et C. Cette étape se résume par la définition de la carte de sollicitation locale (CSL) du couple de matériaux en contact au travers de laquelle les régimes de glissement partiel et total sont clairement identifiés (fig. I-18). Une fois cette carte de réponse du matériau établie, il est possible de définir le mécanisme responsable du processus de dégradation des surfaces en contact. Si le régime de glissement correspond au glissement partiel alors on observe le phénomène d'endommagement correspondant à l'amorçage et à la propagation des fissures dans le

matériau. En sollicitation de glissement total, l'endommagement principal est lié à la formation de débris par enlèvement de matière et à la modification géométrique des surfaces de frottement. Cette approche peut alors être quantifiée au travers d'une approche en énergie dissipée dans la zone de contact.

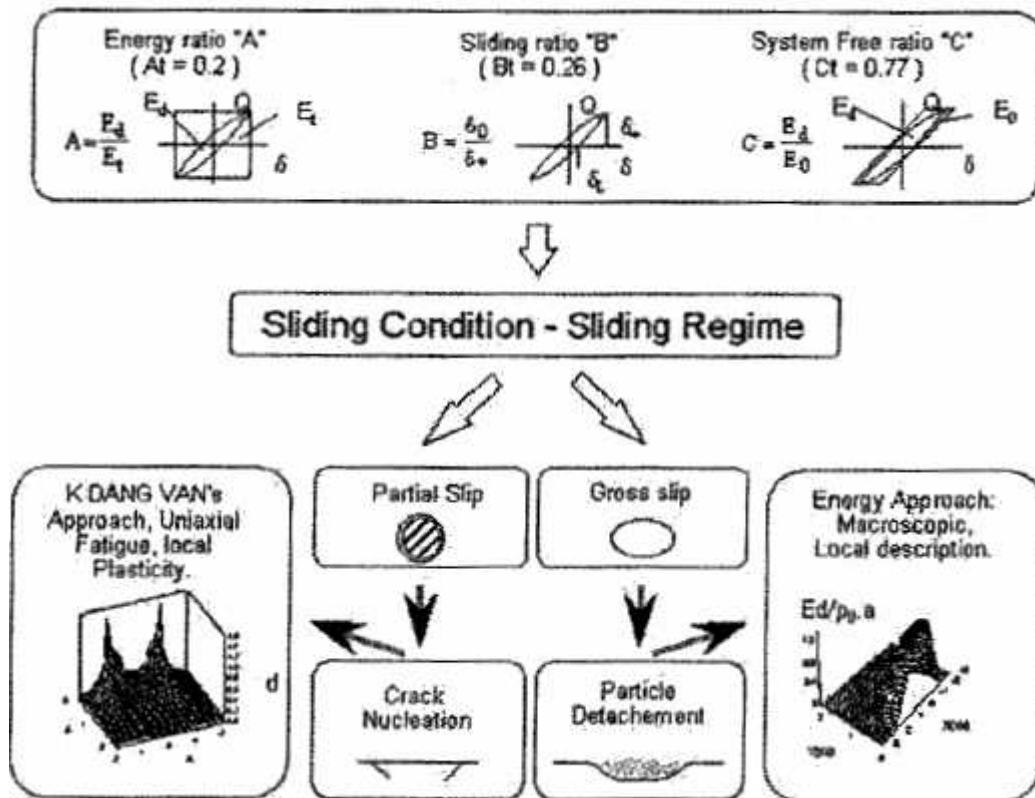


Fig. I-18: Méthodologie appliquée pour un endommagement par fretting [24].

### I.4.2. Solutions afin de protéger les matériaux en contact contre le fretting

Les protections contre le fretting doivent être prises en compte et ceci même à l'étape de la conception des systèmes mécaniques. Ceci peut être réalisé en définissant une géométrie de contact appropriée, mais aussi, en optimisant les déplacements au niveau de l'interface, et en diminuant des concentrations de contraintes. Ainsi, une rigueur dans les cotations peut aussi contribuer à la réduction des amplitudes de glissement au sein des systèmes [85].

La modification de la géométrie des systèmes n'est pas la seule méthode pour réduire les endommagements par fretting. Ainsi, le choix adéquat des couples de matériaux en contact peut prévenir un endommagement généré par des sollicitations de fretting :

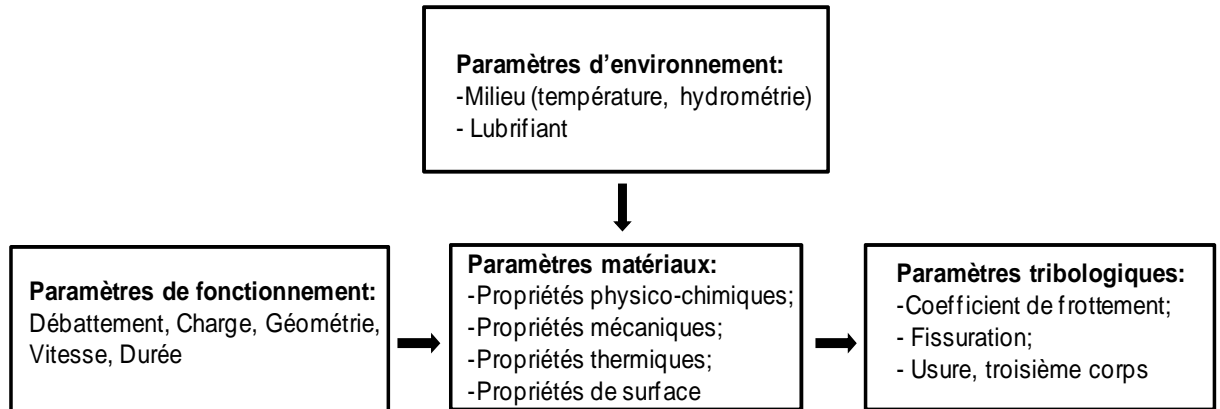
- 1- Introduire une contrainte résiduelle de compression : Cette mesure a un impact direct sur la propagation des fissures. Elle tend à bloquer l'ouverture de celle-ci et limite donc considérablement le risque de propagation. Dans le cas de composite le choix de fabriquer un composite hybride avec les orientations de fibres bien définis permet d'arrêter la propagation des fissures et de faciliter la formation du troisième corps qui diminue la cinétique d'usure du composite [59].
- 2- Diminuer le coefficient de frottement à l'interface : Un coefficient de frottement faible induira naturellement une réduction des contraintes de cisaillement. Cette réduction peut être gérée par l'introduction de lubrifiants solides ou par des traitements de surfaces.
- 3- Augmenter la dureté des surfaces : L'augmentation de taux de renfort dans un composite permet d'augmenter la dureté de la surface et donc, de diminuer son usure [74], [75], [76]. Cependant, l'exagération du taux de renfort est fortement déconseillée.
- 4- Contrôler la chimie des surfaces : Sous le terme « la chimie de surface » dans le cas de composites on comprend le meilleur choix de la nature de la fibre et de la matrice. Ainsi, les propriétés de lubrification des fibres de carbone et le comportement ductile des fibres d'aramide améliorent considérablement les propriétés tribologiques des composites [72].

Dans certains cas industriels un moyen efficace d'abaisser le coefficient de frottement est d'introduire des lubrifiants.

## **I.5. OBJECTIF ET MÉTHODOLOGIE DE RECHERCHE**

A la lumière de notre étude bibliographique nous avons pu mettre en évidence l'influence de plusieurs paramètres sur le comportement tribologique des matériaux composites soumis à des sollicitations de fretting (fig. I-19). Afin d'analyser et surtout de comprendre les processus de dégradation des composites organiques à base de fibres de carbone (composite HexTOOL<sup>TM</sup>) soumis aux sollicitations de fretting, la stratégie adoptée sera celle présentée sur la figure I-19. L'un des objectifs majeur de cette thèse est donc

d'arriver à développer une méthodologie expérimentale, permettant d'expertiser le comportement tribologique de composite HexTOOL™ au travers de l'étude de l'influence des paramètres d'environnement et de fonctionnement afin d'optimiser ses propriétés tribologiques.



*Fig. I-19 : Schéma d'un système tribologique.*

Afin d'atteindre cet objectif quatre tâches sont fixées:

- ✓ Etablir une méthodologie de mesure du module élastique de la résine thermodurcissable via les essais du fretting.
- ✓ Etudier l'influence des différents paramètres sur le comportement viscoélastique et tribologique de la matrice du composite (résine bismaléimide BMI) et du composite lui-même.
- ✓ Elaborer les cartes de réponse locales et les cartes de réponse du matériau pour la résine BMI et le composite HexTOOL™.
- ✓ Evaluer le comportement du composite HexTOOL™ à fibres aléatoirement dispersées, vis-à-vis des sollicitations de fretting.

**Seconde Partie**  
**MATÉRIAUX ET DISPOSITIFS UTILISÉS,**  
**RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX**

## CHAPITRE II

# MATÉRIAUX ÉTUDIÉS ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

*Notre étude porte sur la compréhension du comportement d'endommagement lors du fretting des matériaux polymères et composites. Deux types de résines polymères bismaléimide (BMI) et époxyde RTM6 ainsi que le composite HexTOOL<sup>TM</sup> ont été étudiés. Nous avons abordé cette étude, en employant volontairement des matériaux industriels de qualité commerciale. Ce chapitre porte sur les moyens mis en œuvre pour cette étude. Les matériaux, les techniques ainsi que les équipements mis en œuvre pour la caractérisation physico-chimique et mécanique font également l'objet d'une description dans ce chapitre.*



# Sommaire

---

CHAPITRE II : MATÉRIAUX ÉTUDIÉS ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES .....	39
II.1. MATERIAUX .....	42
II.1.1. Généralités .....	42
II.1.2. Les fibres de carbone .....	42
II.1.3. Les matrices polymères .....	43
II.1.4. Zones interfaciales .....	45
II.2. Composite fibres de carbone-matrice bismaléimide (HexTOOL™) .....	46
II.2.1. La matrice bismaléimide (BMI) .....	46
II.2.2. Les fibres et les pré-imprégnés .....	47
II.2.3. Mise en œuvre de composite HexTOOL™ .....	48
II.3. Résine époxyde thermodurcissable RTM6 .....	54
II.4. Antagoniste utilisé dans les essais du fretting : acier 100Cr6 .....	56
II.4.1. Composition chimique : .....	56
II.4.2. Propriétés mécaniques : .....	56
II.5. CARACTERISATION DES MATERIAUX .....	57
II.5.1. Morphologie complexe du composite HexTOOL™ .....	57
II.6. Caractérisation physico-chimique des résines BMI et RTM6 .....	58
II.6.1. Principe de Calorimétrie différentielle à balayage appelée DSC (Differential Scanning Calorimetry) .....	58
II.6.2. Résultats obtenus par DSC .....	60
II.7. Méthode d'analyse dynamique (DMA) .....	61
II.7.1. Principe .....	61
II.7.2. Résultats .....	65
II.8. CONCLUSION .....	74
II.9. DISPOSITIF EXPERIMENTALE DE L'ESSAI FRETING .....	76
II.9.1. Machine NENE .....	76
II.10. Profilomètre interférométrique .....	77
II.11. CONTACT DE HERTZ EN INDENTATION NORMALE .....	80
II.12. CARACTERISATION DES PROPRIETES ELASTIQUES PAR UNE METHODE INDIRECTE BASEE SUR LES ESSAIS DU FRETING .....	82
II.12.1. La modélisation numérique .....	83
II.12.2. Identification des propriétés mécaniques à travers une méthode indirecte basée sur les essais du fretting .....	85
II.13. CONCLUSION .....	90

---



## **CHAPITRE II**

### **Partie A**



---

---

# **CARACTÉRISATION DES MATÉRIAUX ÉTUDIÉS ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES**

---

---

## **II.1. MATERIAUX**

### **II.1.1. Généralités**

Dans la terminologie des matériaux composites, on parle classiquement de trois entités constituantes qui sont : le renfort, la matrice, et l'interface fibre-matrice. Il est évident que les propriétés finales du composite seront fonction des propriétés intrinsèques de ses constituants. L'interface fibre-matrice joue un rôle primordial vis-à-vis des propriétés mécaniques finales de la structure puisqu'elle assure la continuité du transfert de charge.

Les matériaux considérés dans cette étude sont des composites structuraux de hautes performances, type polymère à renforts fibreux. Ils trouvent leurs applications dans l'industrie de haute technologie (aéronautique et spatiale) pour lesquelles des structures légères et résistantes sont requises. Les spécifications souhaitées conduisent alors à sélectionner principalement les fibres de carbone comme renforts en raison de leurs excellentes propriétés mécaniques.

### **II.1.2. Les fibres de carbone**

Toutes les fibres de carbone sont produites à partir d'un précurseur organique que l'on convertit en carbone. Elles sont généralement fabriquées sous la forme de filaments très fins, dont le diamètre est voisin de 10  $\mu\text{m}$ , et de très grande longueur. Ces filaments sont ultérieurement associés en fils, mèches, tissus, mats... Comme nous venons de le souligner, ces fibres sont essentiellement utilisées comme renforts dans les matériaux composites structuraux en raison de leurs propriétés mécaniques, et plus particulièrement de leur haut module.

Les procédés actuels de fabrication des fibres au stade industriel comprennent tous un traitement thermique associé à une mise en forme à l'échelle macroscopique (morphologie) et à l'échelle microscopique (structure).

Le traitement thermique a pour premier objectif de transformer une substance organique de départ (appelée précurseur) en carbone presque pur [86]. C'est l'étape de pyrolyse, qui se déroule typiquement à des températures comprises entre 400 et 700°C, au cours de laquelle les hétéroatomes sont éliminés et les atomes de carbone participent à des ensembles aromatiques de plus en plus vastes. Les matériaux précurseurs doivent être riches

en carbone, filables, pouvoir être rendus infusibles, et leur structure doit pouvoir être orientée parallèlement à un axe. Depuis l'abandon de la rayonne, les précurseurs utilisés sont le polyacrylonitrile (PAN) et le brai dit de mésophase (Un brai est un mélange d'hydrocarbures plus ou moins lourds; la mésophase est une phase liquide apparaissant vers 400°C). Le procédé industriel actuellement le plus employé est le procédé ex-PAN.

Le filage est opéré par extrusion en présence de fortes contraintes mécaniques et de forts gradients thermiques. Après filage, on réalise une oxydation à basse température de façon à rendre le fil infusible lors de la pyrolyse (stabilisation). Le fil subit ultérieurement des traitements thermiques à hautes températures (carbonisation entre 700 et 1800°C, graphitisation aux températures supérieures 2800°C). Enfin, pour améliorer les qualités d'adhérence lorsque la fibre est placée dans la matrice, on effectue un traitement de surface qui est une oxydation et en général un film de résine polymérique sans durcisseur appelé également ensimage.

### **II.1.3. Les matrices polymères**

Les polymères sont des matériaux macromoléculaires caractérisés par des valeurs très élevées de la masse moléculaire [86]. Ils constituent une vaste famille de matériaux dont les comportements mécaniques élastiques et thermomécaniques peuvent être très variés. On peut classer les polymères en deux grandes catégories: les thermoplastiques et les thermodurcissables. La différence entre les deux est fondamentalement liée à la fonctionnalité des monomères et, par conséquent, à la structure des solides macromoléculaires obtenus.

Dans le premier cas, les macromolécules sont linéaires et sont liées entre elles par des enchevêtrements mécaniques, ainsi que par des interactions faibles de type Van der Waals ou hydrogène. Les polymères thermoplastiques peuvent être semi-cristallins (lorsque la configuration des chaînes est susceptible de s'ordonner régulièrement dans l'espace), le degré de cristallinité dépend des monomères initiaux et des conditions de mise en œuvre. La partie cristalline peut être fondue sous l'effet de l'agitation thermique et donc, les polymères thermoplastiques présentent une température de fusion.

Dans le second cas, les chaînes macromoléculaires sont principalement liées entre elles par des "ponts" rigides plus ou moins longs, mettant en jeu des liaisons covalentes. On a ainsi une structure tridimensionnelle non fusible, l'élévation de la température ne pouvant

conduire qu'à une destruction des liaisons covalentes donc à la dégradation thermique du polymère thermodurcissable. Enfin, le processus de réticulation étant aléatoire, les thermodurcissables sont des matériaux complètement amorphes.

Qu'ils soient thermoplastiques ou thermodurcissables, les polymères présentent tous le phénomène de la transition vitreuse, cette transition étant associée à une augmentation, sous l'effet d'une élévation de température, de la mobilité moléculaire dans les zones amorphes associées à la désorientation progressive des liaisons faibles. Cette transition est marquée par la variation rapide de plusieurs grandeurs physiques (dilatation thermique, capacité calorifique) et élastiques, ainsi que par l'existence d'effets cinétiques (variation de la température de transition vitreuse avec la vitesse de montée -ou descente- en température). Aux températures inférieures à la température de transition vitreuse, le polymère se comporte comme un solide rigide (modules élastiques relativement "élevés"). On imagine donc aisément l'importance de cette transition en termes de limite d'utilisation en température d'un composite à matrice polymérique, ainsi que l'influence sous-jacente des proportions relatives de phases amorphe et cristalline pour une matrice thermoplastique.

Les matrices thermodurcissables représentent environ 80% du tonnage total des résines utilisées dans les matériaux composites. Elles présentent en effet une grande simplicité de mise en œuvre (températures de cuisson modérées), un bon mouillage des fibres, et d'excellentes propriétés en fatigue, fluage, ainsi qu'une bonne stabilité thermique. En revanche, quelques inconvénients subsistent tels que :

- ✓ Produits finals sont très dépendants du cycle thermique et dans certains cas on peut aboutir à des matériaux non réticulés,
- ✓ Péremption des pré-imprégnés,
- ✓ Mauvaise tenue à l'humidité,
- ✓ Faible résistance aux chocs,
- ✓ Non recyclable en tant que matière.

Souvent, des matrices thermodurcissables type époxyde sont employées dans l'élaboration de matériaux composites pour lier les renforts. Elles présentent en effet des propriétés intéressantes, en particulier une bonne résistance chimique et thermique, une

adhésion remarquable et de très bonnes propriétés mécaniques. Le secteur de l'aéronautique utilise de plus en plus ce type de matériaux pour des applications dites " de pièces chaudes " pour lesquelles les températures peuvent localement atteindre plus de 130 °C. En effet, en utilisant des pré-polymères de fonctionnalité élevée, certains systèmes époxydes présentent des températures de transition vitreuse de l'ordre de 200°C voire 250°C et gardent ainsi une excellente tenue mécanique dans un large domaine de température (jusqu'à 180 °C).

Par ailleurs, une nouvelle famille de résines thermodurcissables appelées « résine bismaléimide » a vu le jour récemment, et qui est caractérisée par des températures de transition vitreuse plus élevées que les résines classiquement utilisées et donc, des propriétés mécaniques (traction, flexion, choc) en fonction de la température intéressantes. Cette résine a une excellente stabilité de propriétés (200°C à 250°C) pendant des milliers d'heures ; une bonne inertie chimique aux huiles, solvants, kérosène et fréon ; très bonne tenue à la flamme ; des caractéristiques diélectriques élevées conservées même à haute température ; une très bonne tenue aux radiations. C'est pourquoi, ces résines bismaléimides sont largement répandues dans le domaine des matériaux composites avancés et dans l'électronique.

Dans cette étude, nous avons porté notre attention sur l'étude du comportement tribologique d'un nouveau type de composite à base de résine bismaléimide. Cette dernière est comparée avec la résine époxyde, classiquement utilisée dans l'industrie.

#### **II.1.4. Zones interfaciales**

C'est essentiellement dans les zones interfaciales des résines thermodurcissables que se développent les concentrations de contraintes. Elles sont dues :

- ✓ au retrait en cours de cuisson,
- ✓ aux différences de coefficients de dilatation thermique,
- ✓ aux différences de modules élastiques,
- ✓ aux charges appliquées en service...

La qualité de l'interface, (c'est-à-dire sa cohésion, sa durabilité...) est directement liée à celle du mouillage (des fibres par la matrice), à l'établissement d'interactions physico-chimiques et mécaniques, et au processus de solidification de la matrice parallèlement à la formation des liaisons interfaciales. Cette couche interfaciale, ou interphase, va jouer un rôle

important vis-à-vis des propriétés mécaniques et de la durabilité du composite. Dans le cas de composite à matrice therm durcissable, la zone interfaciale peut présenter des propriétés différentes de celles de la matrice en masse.

## II.2. COMPOSITE FIBRES DE CARBONE-MATRICE BISMALÉIMIDE (HEXTOOL™)

### II.2.1. La matrice bismaléimide (BMI)

La résine utilisée dans notre étude est la résine bismaléimide (BMI) type HexPly M61 fournie par la société HEXCEL. Elle appartient à la famille des résines polyimides et est obtenue par le mélange de trois résines BMI et un durcisseur O,O'-Diallyl Bisphenol A. La formule chimique d'un monomère bismaléimide est présentée sur la figure II-1.

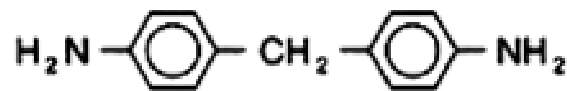


Fig.II-1. Formule chimique d'un monomère bismaléimide.

Le cycle standard de cuisson de la résine BMI est définie comme suit : la cuisson dans un étuve sous vide à 190 °C pendant 4 heures sous basse pression de 0,6 MPa pour permettre le débullage et la cuisson du système, suivi par une post-cuisson à 232 °C pendant 16 heures (vitesse de chauffage : 1,2-2,4 °C/min) (fig. II- 2) [87].

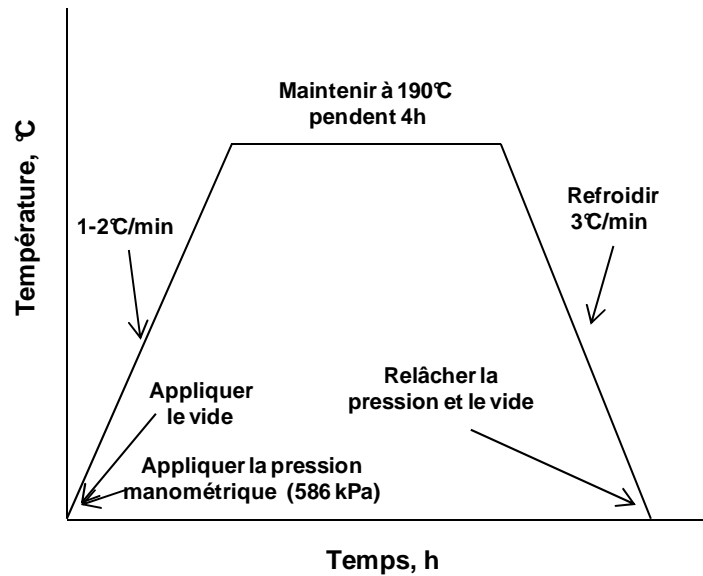


Fig. II-2. Cycle de cuisson dans l'autoclave de la résine BMI [87]

### II.2.2. Les fibres et les pré-imprégnés

Les fibres de carbone utilisées dans ce travail, sont des fibres de haute résistance mécanique de nomination industrielle 2000 tex (AS4). Ses propriétés sont présentées dans le tableau II-1. Elles sont utilisées sous forme de mèches pré-imprégnés unidirectionnel UD de dimension (8 x 50) mm<sup>2</sup> et dispersées aléatoirement dans le plan du composite (fig. II-3).

Nombre de filaments	3000
Diamètre du filament (µm)	7
Titre (tex ou g / 1000m)	2000
Masse volumique (g/cm <sup>3</sup> )	1,79
Résistance en traction (MPa)	4433
Déformation à la rupture en traction (%)	1,8
Module d'Young (GPa)	231
Conductivité thermique (W/m.K)	6,83
Coefficient de dilatation thermique (ppm/°C)	-0,63

Tableau II-1 : Principales caractéristiques de fibres de carbone AS4 [88]



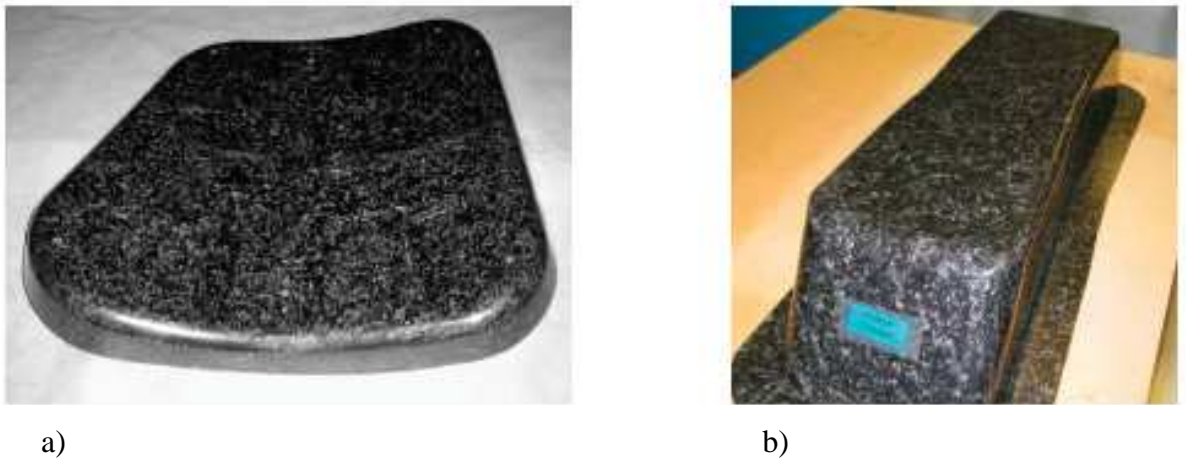


*Fig. II-3. Dispersion des mèches de fibre de carbone dans un pli du composite [89].*

Dans ce travail les pré-imprégnés ont une épaisseur de 1,25 mm avec un taux de carbone de 60% en volume de fibres, présentés sous forme du rouleau [90].

### **II.2.3. Mise en œuvre de composite HexTOOL™**

Le nouveau composite HexTOOL™ élaboré par la société HEXCEL est un matériau d'outillage capable de combiner une tolérance précise comparable à celle des métaux avec une extrême légèreté. Ces applications actuelles visent la fabrication des moules par le procédé R.T.M. (Resin Transfer Molding). Les moules à base de composite HexTOOL™ sont faciles à usiner et donc, à réparer. C'est pourquoi la société HEXCEL [89] peut fabriquer différentes formes de moules, notamment pour le secteur aéronautique (fig. II-4) : les portes d'avion ou des ailes d'avion, par exemple.



*Fig. II-4 : Quelques applications industrielles [89] : a) Moule pour les portes d'avion ; b) moule pour les ailes d'avion*

Le composite HexTOOL<sup>TM</sup> est devenu un matériau compétitif par excellence par rapport aux moules traditionnels en composite classique ou en métal (aciers inoxydables INVAR). Grâce à l'orientation aléatoire de ses fibres qui ont le rôle de freiner la propagation des microfissures, ce composite a une bonne résistance à la dégradation lorsque il est soumis au cycle thermique.

La mise en œuvre du composite consiste à réaliser des empilements de pré-imprégnés de l'épaisseur souhaitée (le nombre de pli dépendra de l'épaisseur finale souhaitée) (fig. II-5a), puis de placer l'ensemble dans un « sac à vide » (fig. II-5b), de réaliser la cuisson par un procédé en autoclave (fig. II-5c), puis une post-cuisson hors autoclave. Dans notre cas, cinq plis ont été utilisés pour obtenir une épaisseur de composite de 4 mm.

La technique du sac à vide implique la mise en place d'une vessie déformable et étanche sur le drapage du pré-imprégné afin de pouvoir créer un vide dans le sac (fig. II-5b). Tous les produits nécessaires utilisés dans le « sac à vide », ainsi que le protocole de procédé en autoclave et de post-cuisson sont présentés en détail dans l'Annexe II.

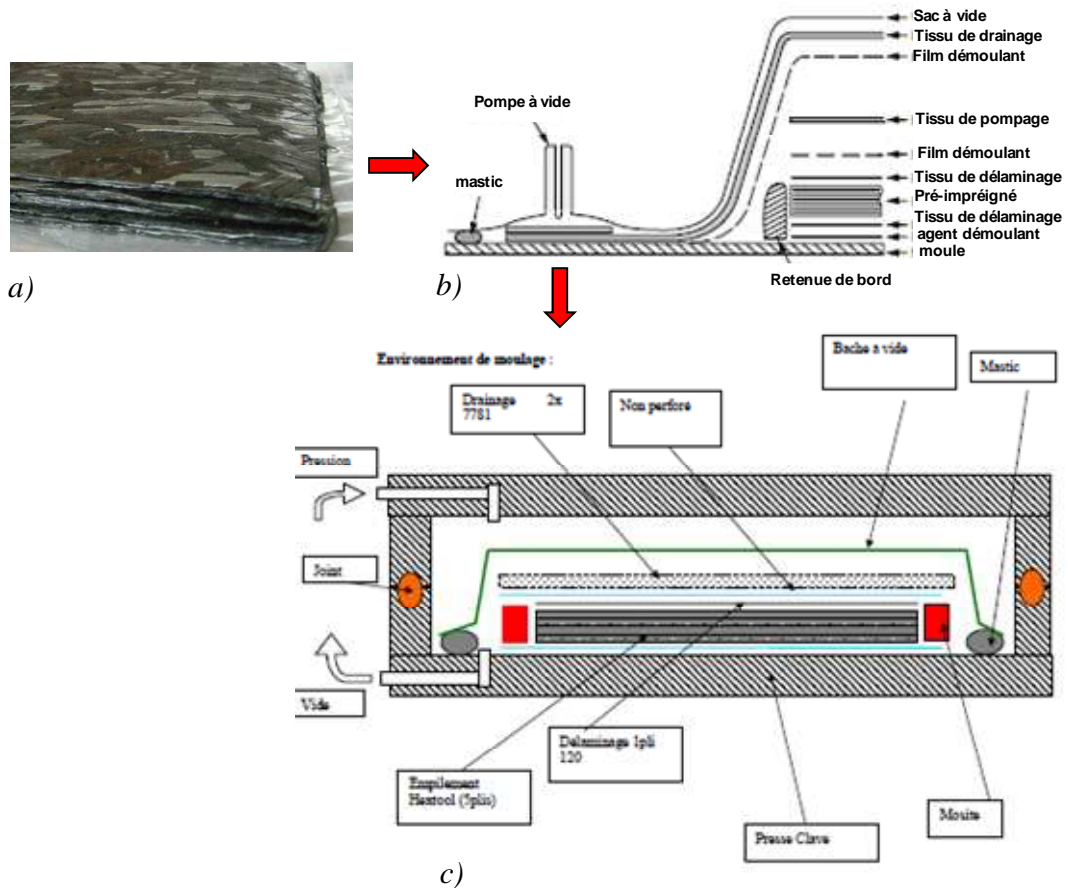


Fig. II-5 : Mise en œuvre de composite HexTOOL<sup>TM</sup> : a) pré-imprégné de 5 plis ; b) la technique du sac à vide ; c) procédé en autoclave.

Le cycle standard de cuisson de composite est réalisé dans un autoclave sous vide à 190°C pendant 4 heures sous une pression de 7 bars (fig. II-6), suivi par une post-cuisson à 220°C pendant 16 heures.

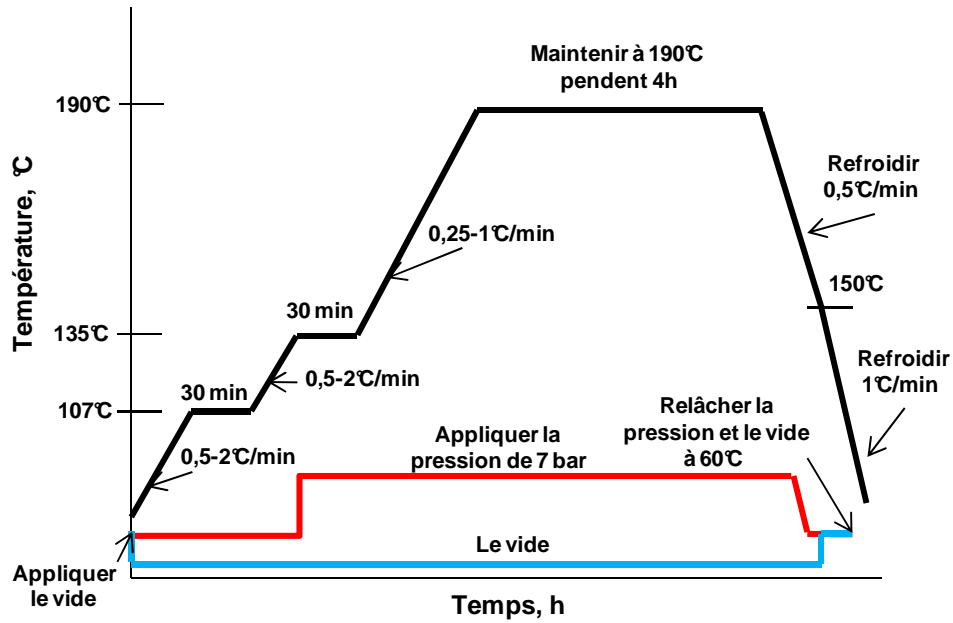


Fig. II-6 : Cycle de cuisson dans l'autoclave du composite HexTOOL™.

Après avoir subi la cuisson et la post-cuisson, la plaque réticulée de composite est usinée jusqu'à l'obtention des tolérances dimensionnelles recherchées pour des moules classiques. Le procédé d'usinage comporte deux étapes (fig. II-7) :

Étape 1 : Usinage brut afin d'atteindre la tolérance dimensionnelle (0,1-0,5) mm ;

Étape 2 : Usinage lisse ( finition) pour obtenir la tolérance de  $\pm 50 \mu\text{m}$ .



Fig. II-7 : L'étape d'usinage appliquée dans le cas du composite HexTOOL™ [89]

Après usinage, on utilise dans notre étude une plaque de format A4 (297x210 mm<sup>2</sup>) présentée sur la fig. II-8.



*Fig. II-8 : Le composite HexTOOL™ obtenu après usinage. Type de plaque utilisée dans notre étude*

Les principales caractéristiques du composite HexTOOL™ sont données dans le tableau II-2 (Données fournisseur).

Propriétés	Unité	Condition	Température	Méthode	Valeurs
Dureté HRC		Coté usiné	25°C	-	83
		Coté non-usiné (base)	25°C	-	78
Contrainte maximale à la rupture en traction	MPa	Sec	25°C	EN2561	260
			180°C		210
Module de traction	GPa	Sec	25°C	EN2561	41
			180°C		40
Contrainte maximale à la rupture en compression	MPa	Sec	25°C	EN2850B	311
			180°C		270
Module de compression	GPa	Sec	25°C	EN2850B	32
			180°C		30
Contrainte maximale à la rupture en flexion	MPa	Sec	25°C	EN2562	380
Coef. dilatation thermique	$\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$	X-Y plan	23°C-180°C	ASTM E831	5
		Z plan	23°C-180°C		49
Conductivité thermique	W/(m·K)		30°C	-	2.95
			80°C		3.51
			130 °C		4.45
			180 °C		4.75
Coefficient de Poisson			25°C		0,3
Masse volumique	$\times 10^{-6}\text{g}/\text{mm}^3$		25°C		1600
Contenu de la résine BMI	% vol.				38

Tableau II-2: Principales caractéristiques du composite HexTOOL™ (données du fournisseur)

### II.3. RÉSINE ÉPOXYDE THERMODURCISSABLE RTM6

L'étude de la résine RTM6 dans le cadre de cette étude est motivée par diverses raisons :

- ✓ Large champs d'application dans le domaine industriel, notamment dans le secteur aéronautique et aérospatiale,
- ✓ Utilisation comme matériau de référence afin qu'on puisse la comparer avec la résine BMI.

Le système époxyde est fourni par la société HEXCEL. Il est constitué d'un prépolymère époxyde tétrafonctionnel (type DGEBA, Diglycidyl Ether du Bisphénol A) et de plusieurs durcisseurs (diamines) (fig. II-9). Il contient également des particules anti-feu qui lui confèrent des propriétés d'auto-extinguibilité.

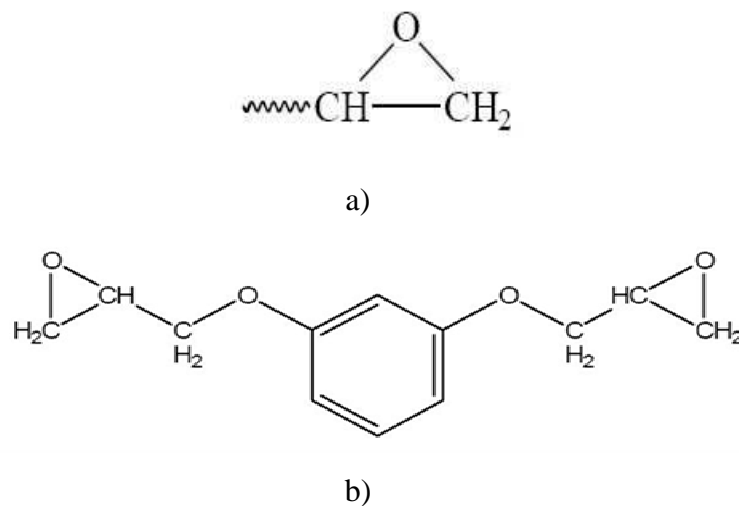


Fig. II-9 : a) Structure chimique du groupe époxyde ; b) DiGlycidyl Ether du Bisphénol A (DGEBA)

La mise en œuvre de la résine RTM6 est réalisée avec la même technique que dans le cas de la résine BMI et se fait selon les deux étapes suivantes (fig. II-10):

- ✓ Dégazage à 120°C sous vide/faible pression (1 à 3 bars) pendant 30 min
- ✓ Cuisson à 180°C pendant 120 min.

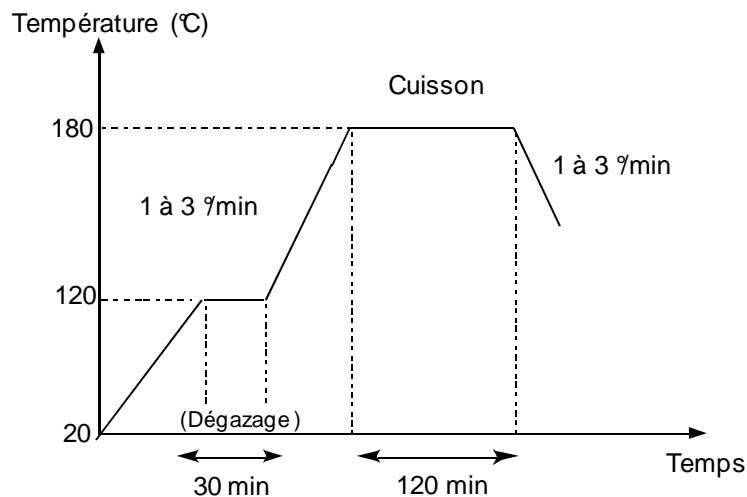


Fig. II-10 : Cycle de cuisson de la résine RTM6.

La résine RTM6 est utilisée pour le procédé R.T.M. qui est un procédé de fabrication relativement bien connu et utilisé par de nombreuses sociétés.

Dans le procédé R.T.M., une résine de faible viscosité (0,1 à 1 Pa.s) à température ambiante est injectée par une pompe basse pression dans un moule fermé, chauffé, dans lequel des renforts appropriés ont été préalablement disposés. Une fois l'injection des réactifs terminée, le processus de polymérisation peut commencer. Le renfort utilisé pour ce procédé peut se présenter sous deux formes:

- ✓ en rouleau : il est alors découpé à la taille voulue puis disposé dans le moule,
- ✓ en préforme : cela suppose une étape supplémentaire de fabrication préalable de la préforme, soit à partir de mats à fibres longues, soit à partir de fibres courtes projetées avec un liant sur une forme à l'aide d'un pistolet (pistoletage). L'intérêt de la préforme est de permettre une meilleure répartition du renfort et l'obtention de pièces à taux de fibres plus élevés.

Le principal intérêt de ce procédé est de permettre la fabrication, en moyennes séries, de pièces en une seule étape, dans de bonnes conditions de reproductibilité et à relativement faibles niveaux d'investissement. Les pièces peuvent être monolithiques ou sandwich avec mousse, avec la possibilité d'optimisation d'intégration de fonctions (inserts) et un bon aspect



de surface. C'est pour ce procédé que les moules en composite HexTOOL™ vont être utilisées.

## II.4. ANTAGONISTE UTILISÉ DANS LES ESSAIS DU FRETTEMENT : ACIER 100Cr6

Le contact étudié est un contact type sphère/plan. La sphère ou le matériau antagoniste utilisé durant toute notre étude est une bille de précision (erreur de sphéricité inférieure à 16  $\mu\text{m}$ ) fabriquée d'acier 100Cr6 de rayon  $R = 22.22 \text{ mm}$  et de rugosité moyenne  $R_a = 0.1 \mu\text{m}$  fournie par la société CIMAP. Ces billes sont souvent utilisées comme antagoniste dans le domaine du frottement.

### II.4.1. Composition chimique :

L'acier 100Cr6 étudié correspond aux caractéristiques d'un acier à roulement. Sa composition chimique correspond à la norme AIR 9160/C.

	C	Si	Mn	S	P	Cr	Ni	Mo	V
min	0,95	0,15	0,2	<	<	1,35	<	<	<
max	1,1	0,35	0,4	0,02	0,03	1,6	0,4	0,1	0,3

Tableau II-4 : composition chimique de la bille 100Cr6

### II.4.2. Propriétés mécaniques :

Les caractéristiques mécaniques données par SNR sont résumées dans le tableau suivant :

E*	$\nu$	HRC	HV50	Rm**	$\sigma_Y(R_{0,2})^{**}$	$\sigma_Y^{**}$	$\sigma_{d,Fr}^{**}$
210	0,29	62	740	2000	1700	850	1000

\* en GPa, \*\* en MPa.

Tableau II-5 : propriétés mécaniques du 100Cr6.

Où :

$\sigma_Y(R_{0,2})$ ,  $\sigma_Y$ : limites de plasticité en traction et en cisaillement à 0.2 % de déformation résiduelle.

$\sigma_{d,Fr}$ : Limite d'endurance en flexion rotative alternée pour 106 cycles.

## II.5. CARACTERISATION DES MATERIAUX

### II.5.1. Morphologie complexe du composite HexTOOL™

Comme on a pu le remarquer dans le paragraphe 1.2.3, le composite HexTOOL™ a une structure très complexe due à l'orientation aléatoire de ses fibres. Cette distribution aléatoire a été mise en évidence par l'observation à l'aide de microscope optique sur la tranche polie par les techniques métallographiques classiques (jusqu'à  $0,1 \mu\text{m}$ ). La figure II-11 montre plusieurs orientations de fibres : fibres perpendiculaires, parallèles ou formant un angle  $\theta$  ( $0^\circ < \theta < 90^\circ$ ) avec la direction de coupe.

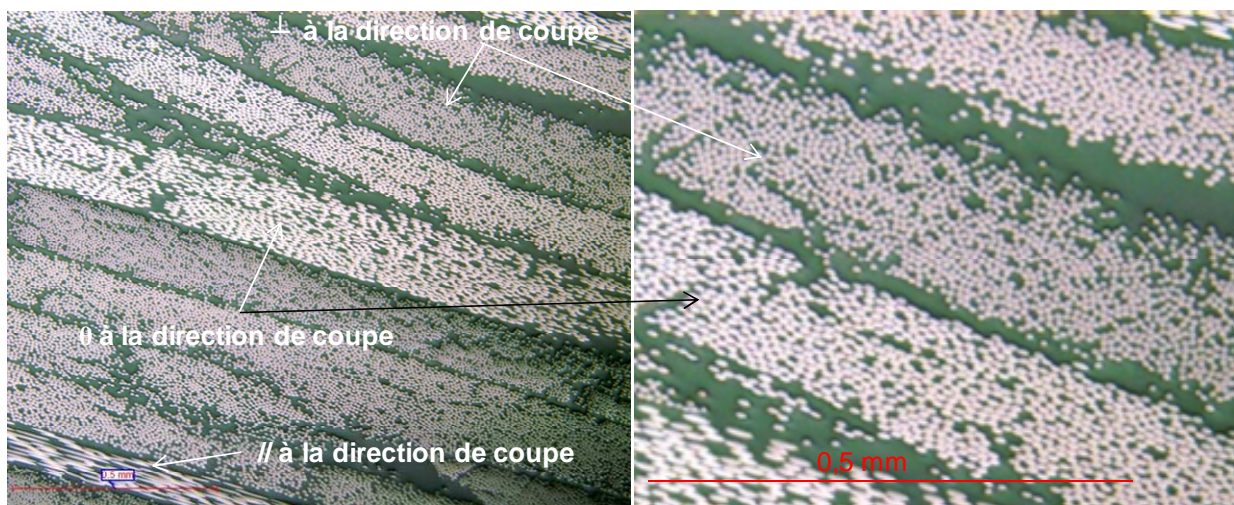


Fig. II- 11: Observation par microscope optique des distributions des fibres dans le composite HexTOOL™ après découpage et polissage mécanique, en utilisant des suspensions diamant de granulométrie 9, 3 et  $0,1 \mu\text{m}$

En première approximation, du fait des orientations aléatoires des fibres, le comportement dans le plan du composite peut être considéré comme quasi-isotrope. Afin de confirmer cette isotropie, le composite a été découpé selon trois directions différentes A, B et C (fig. II-12). Les éprouvettes A et B correspondent aux coupes sur la tranche selon l'axe OY et OX respectivement. Leurs dimensions sont de  $(26 \times 4,1 \times 1,5) \text{ mm}^3$ . L'éprouvette C a été coupée selon la direction OX avec une dimension de  $(26 \times 4,1 \times 4,1) \text{ mm}^3$  puis poli jusqu'à atteindre l'épaisseur 1,5 mm c'est-à-dire une dimension de  $(26 \times 4,1 \times 1,5) \text{ mm}^3$ . Le but est d'observer et de caractériser l'orientation (A, B) et la distribution des fibres dans le volume du composite (B, C). La figure II-13 montre la morphologie du composite pour les trois éprouvettes.

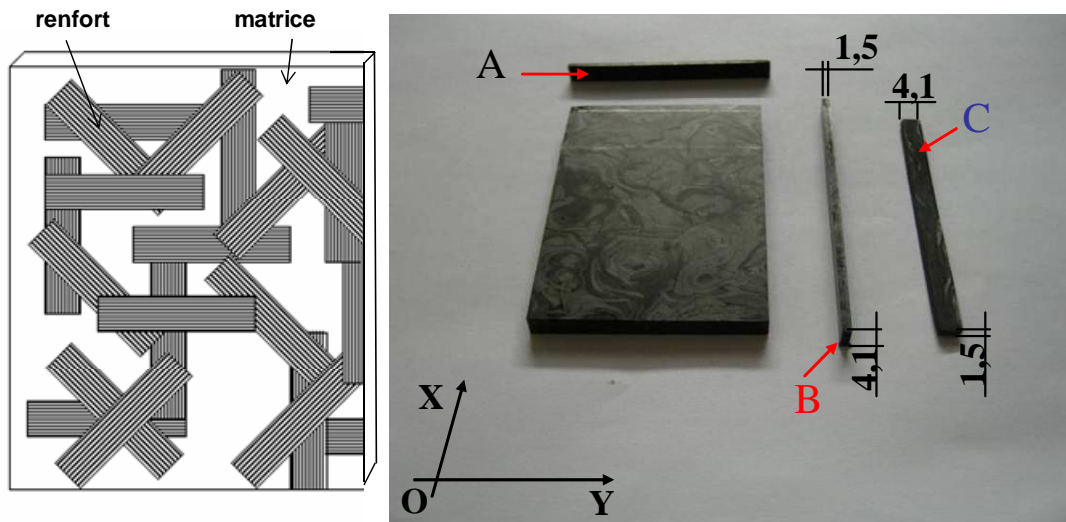


Fig. II-12 : Schéma de coupe des échantillons selon les trois directions choisies

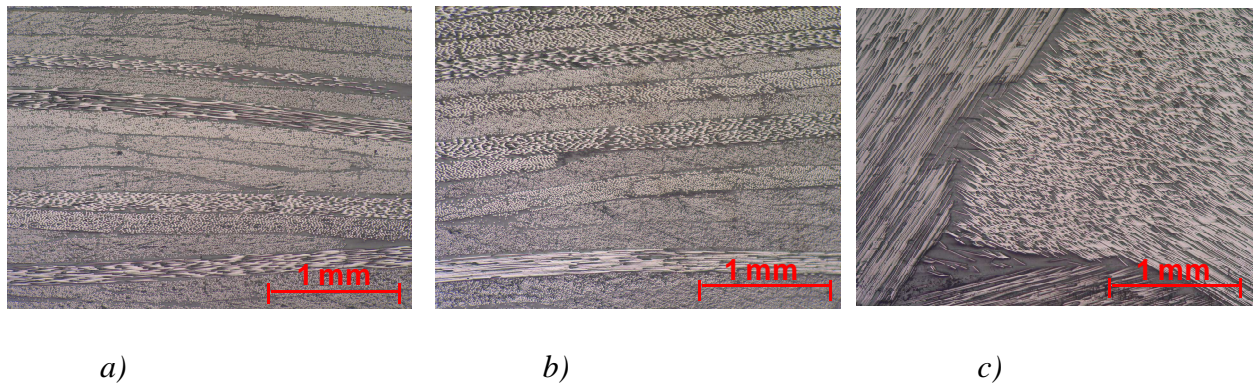


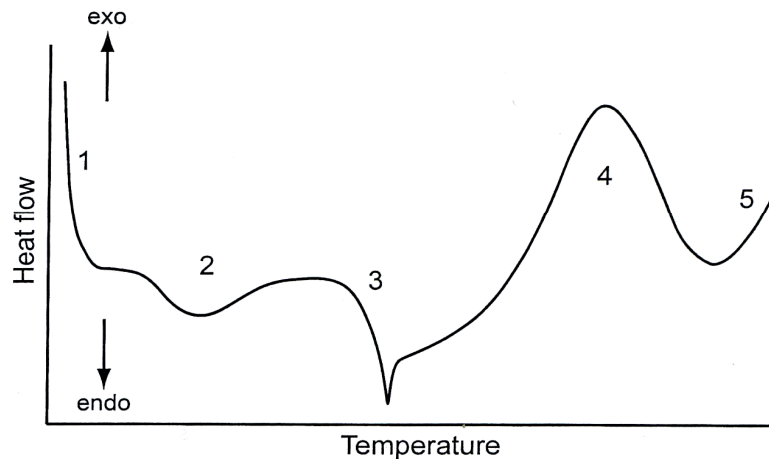
Fig. II-13 : Observation des fibres par microscope optique : a) coupe sur la tranche selon l'axe OY (éprouvette A), b) coupe sur la tranche selon l'axe OX (éprouvette B) ; c) à la surface selon l'axe OX (éprouvette C)

## II.6. CARACTÉRISATION PHYSICO-CHIMIQUE DES RÉSINES BMI ET RTM6

### II.6.1. Principe de Calorimétrie différentielle à balayage appelée DSC (Differential Scanning Calorimetry)

La DSC classique utilise un programme de température linéaire. L'échantillon et un matériau de référence (ou juste un creuset vide) sont chauffés ou refroidis à une vitesse linéaire ou dans certains cas, maintenus à une température constante (c'est-à-dire isotherme). L'appareil mesure le différentiel de flux de chaleur entre l'échantillon et le matériau de référence qui est requis pour maintenir une même température de consigne dans les deux

creusets [91]. On peut utiliser la DSC pour étudier les événements thermiques tels que : des transitions physiques (la transition vitreuse, cristallisation, vaporisation et fusion des composants volatils) et des réactions chimiques. Un exemple d'une courbe de DSC est montré schématiquement dans la figure II-14.



*Fig. II- 14: Schéma d'une courbe DSC pour une résine thermodurcissable: 1- déviation de démarrage ; 2 – évaporation de l'eau ; 3 – transition vitreuse avec un pic de relaxation ; 4 – réaction chimique (par exemple, la cuisson) ; 5 – début de décomposition [91].*

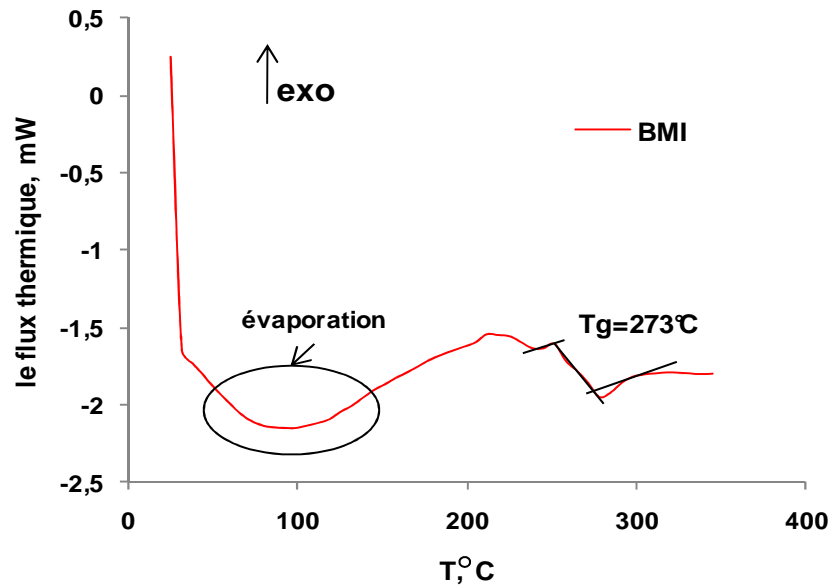
Le changement dans la courbe au début de la mesure est dû à la « déviation de démarrage » initiale (1). Dans cette région de passage, les conditions changent brusquement d'un mode isotherme à un mode de chauffage linéaire. L'ampleur de la déviation de démarrage dépend de la capacité thermique de l'échantillon et de la vitesse de chauffage. Si des substances volatiles comme les solvants sont présents dans l'échantillon, un pic endothermique (2) est observé dû à l'évaporation ; l'échantillon perd de sa masse. Lors d'une transition vitreuse, la capacité thermique de l'échantillon augmente et donc, on observe une marche ou un pic endothermique dans le cas où le matériau présente une relaxation d'enthalpie appelée le vieillissement physique (3) [92]. En effet, le vieillissement physique s'efface après un maintien au-dessus de la transition vitreuse. Les réactions chimiques produisent des effets exothermiques ou endothermiques (4) selon le type de réaction en cause. Enfin, à plus haute température, la décomposition commence (5). Le type de gaz de purge utilisé dans l'expérience a souvent une influence sur les réactions qui se produisent, surtout à des températures élevées (oxydation). Dans notre étude l'azote sera utilisé.

Les transitions et les réactions peuvent être différenciées par une mesure lors du refroidissement de l'échantillon et un second balayage en température. Des réactions chimiques ou la relaxation d'enthalpie sont irréversibles. Cette dernière est seulement observée lors du premier balayage en température. En revanche, les transitions vitreuses sont réversibles.

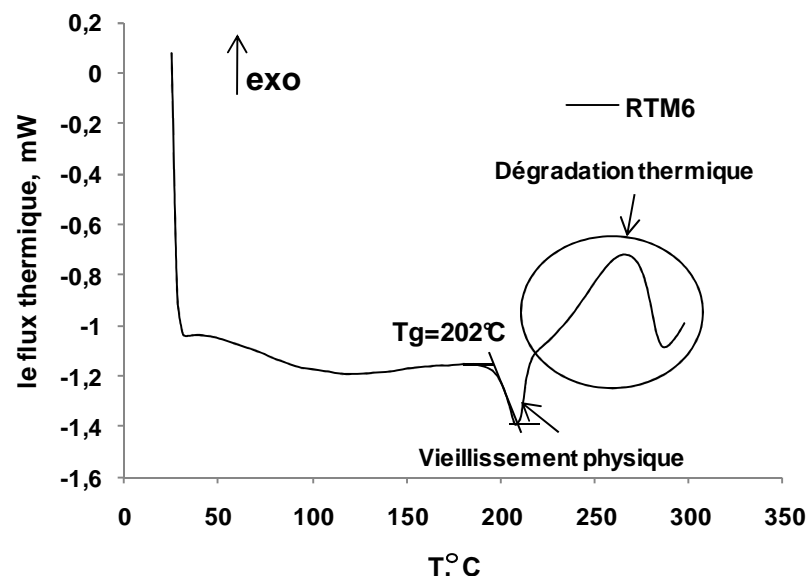
### **II.6.2. Résultats obtenus par DSC**

Ces mesures calorimétriques sont réalisées à l'aide d'un appareil DSC 1 STARe System (Mettler Toledo). L'appareil est à refroidissement sous azote. La figure II-15 montre le flux thermique différentiel mesuré par DSC pour les résines BMI et RTM6 brutes de livraison (Fig. II-15a et 15b). Une série d'essais (dix essais pour chaque type de résine) a été menée avec une vitesse de montée en température de 20 °C/min. La quantité de matière analysée est d'environ 3.4 mg.

Dans ces essais la température de la transition vitreuse est mesurée au milieu de marche. Les résultats obtenus montrent que la température de transition vitreuse de la résine bismaléimide est de l'ordre 273 °C, alors que dans le cas de la résine époxyde RTM6 est de 202 °C. En plus, pour la résine BMI un pic endothermique dû à l'évaporation dans la gamme de températures [80-100°C] est observé (Fig. II-15a). Pour la résine RTM6 un pic de vieillissement physique au niveau de la transition vitreuse et une zone possible de la décomposition après 250°C sont observés (fig. II-15b).



a)



b)

Fig. II-15 : Diagramme exothermique obtenu par DSC des résines : a) BMI, b) RTM6

( $V=20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,  $m=3,4\text{mg}$ )

## II.7. MÉTHODE D'ANALYSE DYNAMIQUE (DMA)

### II.7.1. Principe

La technique expérimentale utilisée pour caractériser le comportement viscoélastique de la résine et du composite est la spectrométrie dynamique ou l'analyse mécanique dynamique (DMA: Dynamic Mechanical Analysis) [93]. Elle consiste à appliquer à un

matériau une force sinusoïdale  $F_0$  (contrainte  $\sigma$ ) ou un déplacement sinusoïdal  $x_0$  et à mesurer le déplacement résultant  $x$  (déformation  $\varepsilon$ ) ou la force  $F$  (contrainte  $\sigma$ ) résultant (fig. II-16). En raison des phénomènes visqueux agissant dans l'éprouvette, les contraintes sont déphasées d'un angle  $\delta$  par rapport aux déformations imposées. La force et le déplacement s'écrit alors :

$$F = F_0 \cos(\omega t) \tag{II-1}$$

$$x = x_0 \cos(\omega t - \delta) \tag{II-2}$$

D'où on peut calculer la raideur  $k$  (N/m):

$$k = F/x \tag{II-3}$$

dans notre cas la raideur complexe  $k^*$  s'écrit :

$$k^* = k' + jk'' \tag{II-4}$$

où  $k'$  est la partie réelle de la raideur (raideur de conservation) et  $k''$  est la partie imaginaire de la raideur (raideur de perte).

Connaissant les valeurs de la raideur ( $k$ ) et les dimensions d'éprouvette ( $S$ - la section,  $m^2$  ;  $h$ - la hauteur,  $m$ ), le module de Young est déduit via la relation suivante:

$$E = k \frac{h}{S} \tag{II-5}$$

Le module de Young complexe s'écrit alors:

$$E^* = E' + jE'' \tag{II-6}$$

Où la partie réelle correspond au module de conservation  $E'$  qui caractérise l'énergie élastique stockée, et la partie imaginaire correspond au module de perte  $E''$  qui caractérise l'énergie dissipée sous forme de chaleur. L'angle de déphasage se caractérise par la relation (II-2) :

$$\tan \delta = E''/E' \tag{II-7}$$

Où  $\delta$  est la tangente de l'angle de perte : elle est comprise entre  $0^\circ$  pour un matériau purement élastique et  $90^\circ$  pour un matériau purement visqueux (liquide).

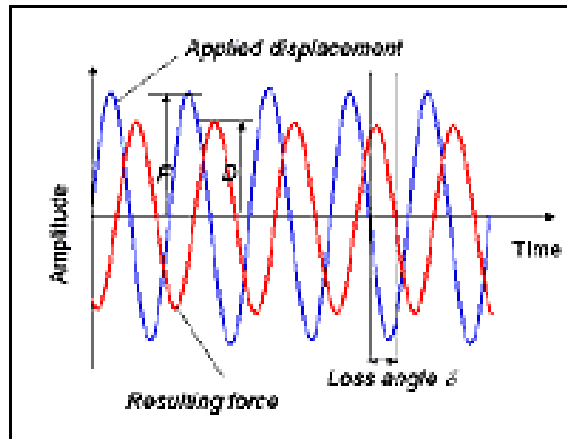


Fig. II-16 : Principe de la DMA

Les essais de DMA montrent que la tangente de l'angle de perte représente l'énergie dissipée par frottement interne (donc la mobilité moléculaire) en fonction de la température et de la fréquence.

Dans ce travail la caractérisation du comportement viscoélastique des matériaux étudiés est effectuée, en utilisant l'appareil DMA 50 commercialisé par la société 01dB METRAVIB. Les essais sont réalisés par mesures isochrones en traction/compression, avec une vitesse de montée en température de 1,5 K/min. Ces essais permettent la détermination des températures de relaxation mécanique (associées aux transitions vitreuse et sous-vitreuse(s)).

#### ***II.7.1.1. Influence de la température et de la fréquence***

L'influence de la température sur le comportement viscoélastique d'un polymère est importante. Suivant la température appliquée, on peut observer différents pics de relaxation notés généralement  $\gamma$ ,  $\beta$  et  $\alpha$  associés à des mobilités de plus grande amplitude quand la température augmente (fig. II-17). A basse température on observe les rotations des radicaux, à température moyenne on observe les mouvements manivelles et enfin, à haute température la transition vitreuse de polymère est associée à mobilité des dépliements des segments de chaînes entre nœuds à grande distance.



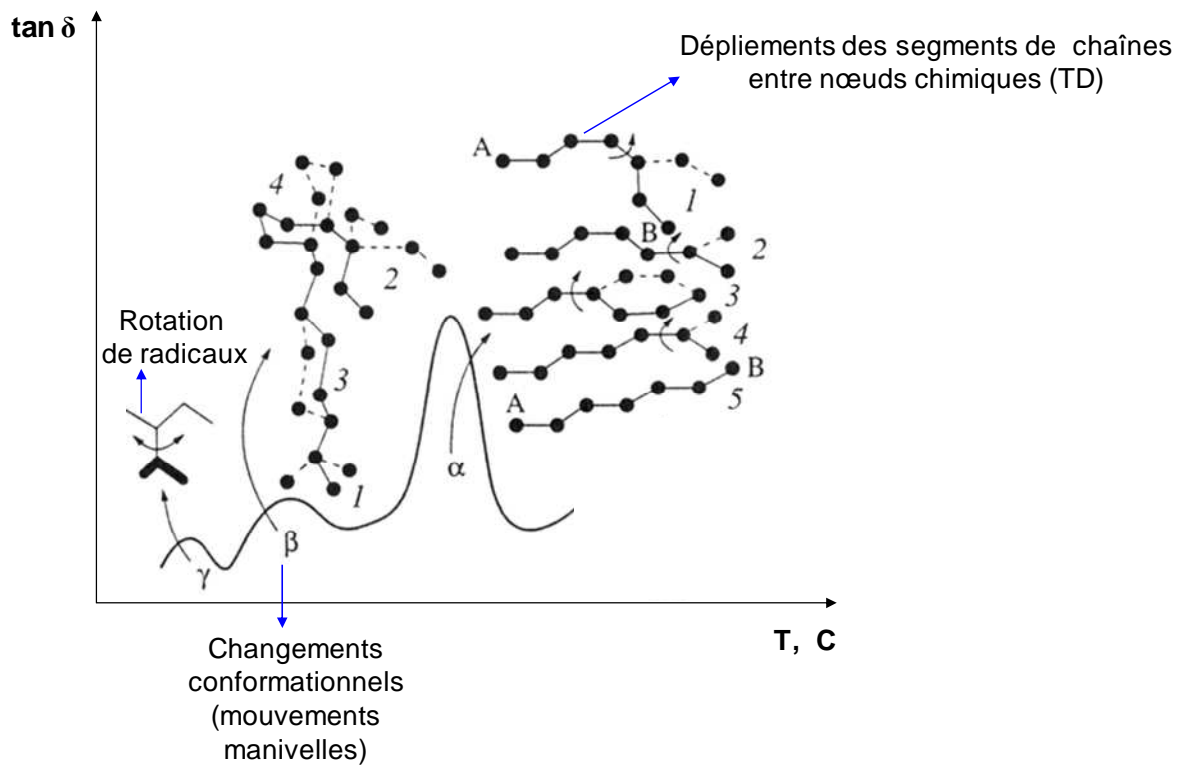


Fig. II-17 : Températures caractéristiques de DMA: Relaxations secondaires et relaxation principale associée à la transition vitreuse d'après Perez [92]

Plus la fréquence de sollicitation est faible (donc plus le temps d'observation est long), plus la probabilité de "voir" les phénomènes de relaxation moléculaire est grande. Par conséquent, une diminution de la fréquence conduit en pratique à une augmentation de l'amplitude des pics de relaxation, ainsi qu'à leur décalage vers les basses températures (fig. II-18).

Il est important de noter que la relaxation  $\alpha$  est associée à la transition vitreuse et caractérisée par une forte chute de module de conservation (fig. II-18). Par conséquent, plus la fréquence est faible, plus la chute du module élastique se déplace vers les plus basses températures.

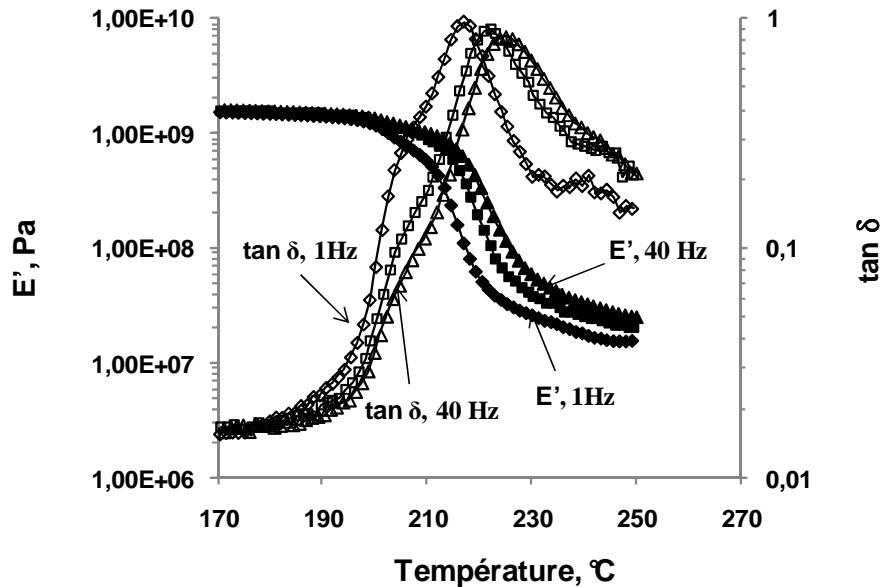


Fig. II-18 : Influence de la fréquence sur le comportement viscoélastique de la résine RTM6

## II.7.2. Résultats

### II.7.2.1. Résine RTM6

L'analyse est conduite sur un intervalle de température variant entre  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$  avec une vitesse de montée en température de  $1,5\text{ K/min}$  sous flux d'azote sur des éprouvettes de dimensions  $(26 \times 4,1 \times 1,5)\text{ mm}^3$ . La sollicitation est conduite en mode traction-compression avec une fréquence variant de  $1$  à  $40\text{ Hz}$ . Une déformation dynamique de  $10^{-6}\text{ m}$  a été appliquée dans le domaine linéaire. La déformation statique a été quasi nulle.

Les spectres de  $E'$  et  $\tan \delta$  en fonction de la température pour les différentes fréquences sont présentés sur la figure II-19. L'analyse des spectres de frottement intérieur permet de visualiser les phénomènes de relaxation classiquement observés dans le cas des résines époxydes dans la gamme des températures étudiées :

1. La relaxation  $\beta$  apparaît vers  $-60^{\circ}\text{C}$ . A cette température, les énergies mises en jeu ont un effet très faible. On associe à cette relaxation les mouvements des unités di-phényl-propane [94], et de groupements hydroxyether comme plusieurs auteurs [95]- [96]. Dans notre cas, le nombre de ces groupements est important puisque la résine époxyde est tétrafonctionnelle. Ceci justifie l'amplitude notable observée expérimentalement pour cette relaxation.

2. La relaxation principale  $\alpha$  apparaît à 225°C à 10 Hz. Cette relaxation est associée à la transition vitreuse du matériau. Elle correspond donc à des mouvements généralisés (et non plus localisés) des chaînes macromoléculaires. Elle se manifeste par une chute importante du module de conservation  $E'$ , et par une forte amplitude du pic en  $\tan\delta$ .
3. Une relaxation sous-vitreuse  $\omega$  qui apparaît entre les deux relaxations classiques est localisée entre 50 et 100°C. Elle est beaucoup moins marquée que les précédentes. La nature de cette relaxation est un sujet à controverse. Cette relaxation souvent est attribuée à la présence d'eau dans le matériau [97] ou à des segments de chaînes n'ayant pas réagi [94], [98] ou encore aux mouvements des groupes p-phénylènes [99].

La figure II-19 montre l'évolution du module réel  $E'$  en fonction de la température pour des fréquences variant de 1-40 Hz. Chaque relaxation est associée à une diminution du module de conservation.

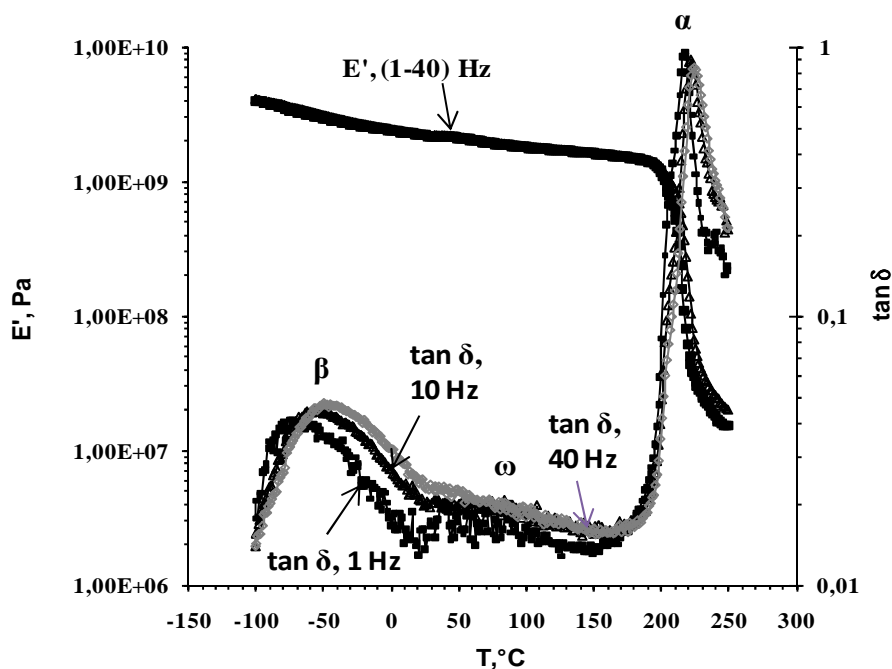


Figure II-19: Caractérisation de la résine RTM6 par spectrométrie mécanique

Dans notre travail nous nous sommes fixés une fréquence de 10 Hz pour les matériaux étudiés. Le tableau II-6 récapitule les grandeurs physiques et mécaniques de la résine RTM6 à

10 Hz (les modules  $E'$  à la température ambiante et à 225°C de début de plateau caoutchoutique et des températures caractéristiques) déterminées par DMA.

$T_{\beta}$ (°C)	-60
$T_{\omega}$ (°C)	90
$T_{\alpha}$ (°C)	225
$E_{23^{\circ}\text{C}}$ (GPa)	2,25
$E_{225^{\circ}\text{C}}$ (MPa)	0,07

Tableau II-6 : Spectrométrie mécanique sur la résine RTM6 ( $f=10$  Hz).

#### II.7.2.2. Matrice BMI

Comme dans le cas de la résine RTM6 les mêmes conditions de charge et de dimension ont été appliquées sur la résine BMI mais dans une gamme de température plus élargie [-140°C- 350°C] et dans une gamme de fréquence plus étroite [5-25 Hz]. Les spectres de  $E'$  et  $\tan \delta$  en fonction de la température et pour les fréquences choisies sont présentés sur la figure II-20. Trois relaxations moléculaires sont mises en évidence.

1. Une relaxation  $\gamma$  apparaît vers -80 °C. A cette température, la relaxation ne concerne que les mouvements locaux des chaînes.
2. La seconde relaxation  $\beta$  est localisée entre 100 et 150 °C. Les mécanismes à l'origine de cette relaxation ne sont pas vraiment connus avec précision. Selon certains auteurs, elle est attribuée à la présence d'eau dans le matériau [100]-[101].
3. La troisième relaxation  $\alpha$  est la relaxation principale associée à la transition vitreuse du matériau. Elle correspond donc à des mouvements généralisés des chaînes macromoléculaires. Elle se manifeste par une forte amplitude du pic en  $\tan \delta$  et d'un dédoublement de ce pic principal dans la gamme de températures [265 °C-325 °C]. Nous pouvons supposer que l'une des espèces en présence réagit moins bien que les autres (malgré le traitement de post-cuisson de 16 heures à 232 °C effectué après la cuisson dans l'autoclave). Ce double pic est expliqué par certains auteurs par la cuisson incomplète de la résine [100], ce que nous confirmons aussi de notre côté (fig. II-21). Cette hypothèse a été confirmée par un second balayage en température et fréquence après une première montée en

température jusqu'à 350°C pour éviter la dégradation du matériau. Dans ce dernier cas seul le pic à la température de 325 °C est observable.

Comme attendu, à chaque phénomène de relaxation une chute du module  $E'$  est observé: elle est d'autant plus élevée que l'amplitude de la relaxation est grande. Au niveau de la relaxation  $\alpha$  une chute d'une décade est observée.

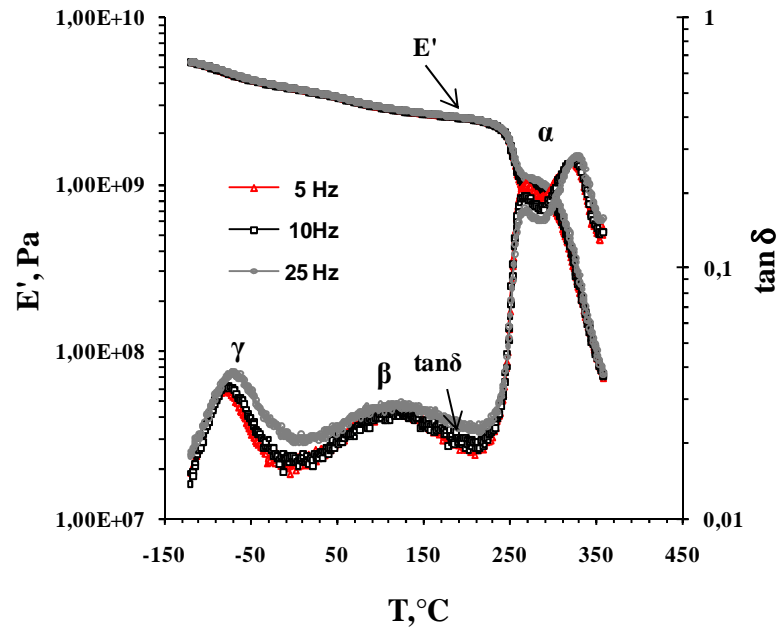


Figure II-20: Caractérisation de la matrice BMI par spectrométrie mécanique

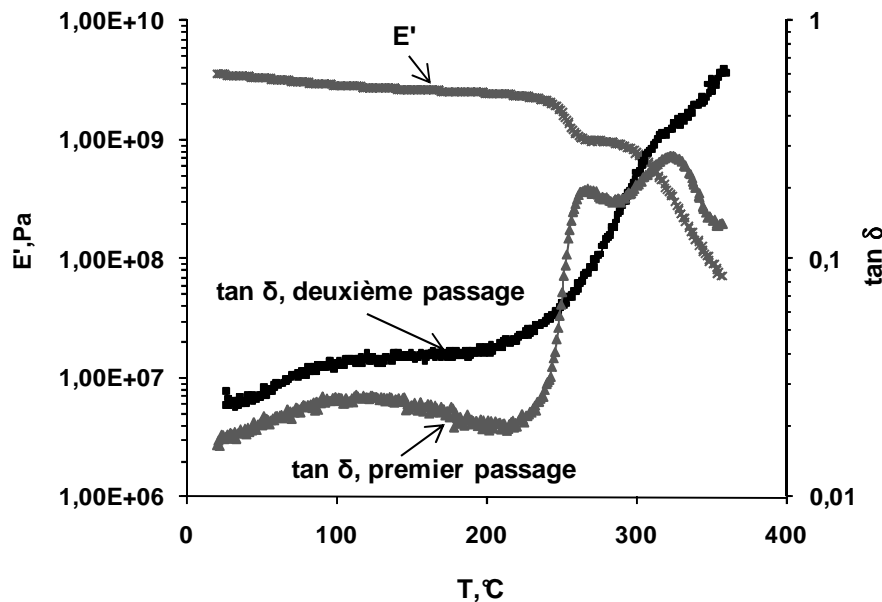


Figure II-21: Réticulation complète de la matrice BMI par spectrométrie mécanique (DMA) ( $f=10$  Hz) premier passage deuxième passage

Le tableau II-7 récapitule les grandeurs physiques et mécaniques de la résine BMI (les modules pour la température ambiante et 325°C et des températures caractéristiques) à 10Hz.

$T_{\beta}$ (°C)	-80
$T_{\omega}$ (°C)	100
$T_{\alpha}$ (°C)	265-325
$E_{23^{\circ}\text{C}}$ (GPa)	3,52
$E_{325^{\circ}\text{C}}$ (MPa)	0,3

Tableau II-7 : Caractérisation de la résine BMI obtenue par spectrométrie mécanique  
(à 10 Hz)

### II.7.2.3. Synthèse de deux résines étudiées

En comparant les évolutions du module de conservation  $E'$ , ainsi que les évolutions de l'angle de perte  $\tan \delta$  (fig. II-22), on peut remarquer que :

- ✓ la température de relaxation  $\alpha$  est supérieure pour la résine BMI par rapport à celle de la résine RTM6 ;
- ✓ le module  $E'$  de la résine BMI est plus élevé que le module  $E'$  de la résine RTM6 ;
- ✓ la pente du module de conservation de la résine BMI est plus faible dans le domaine « vitreux » que celle de la résine RTM6 dans la gamme des températures étudiées.

Pour les deux résines, trois relaxations moléculaires sont observées. Cependant, dans le cas de la résine BMI, un double pic dans la gamme de température vitreuse a été détecté dû à la réticulation incomplète de la résine BMI par rapport à la résine RTM6. Il est donc difficile de déterminer la position exacte en température de la relaxation  $\alpha$  de la résine BMI car il y a une évolution au cours de l'essai et la vitesse de montée est relativement faible. En conséquence, le cycle thermique ne permet pas d'avoir un matériau présentant un taux de conversion de 100% car on est trop proche de la dégradation.

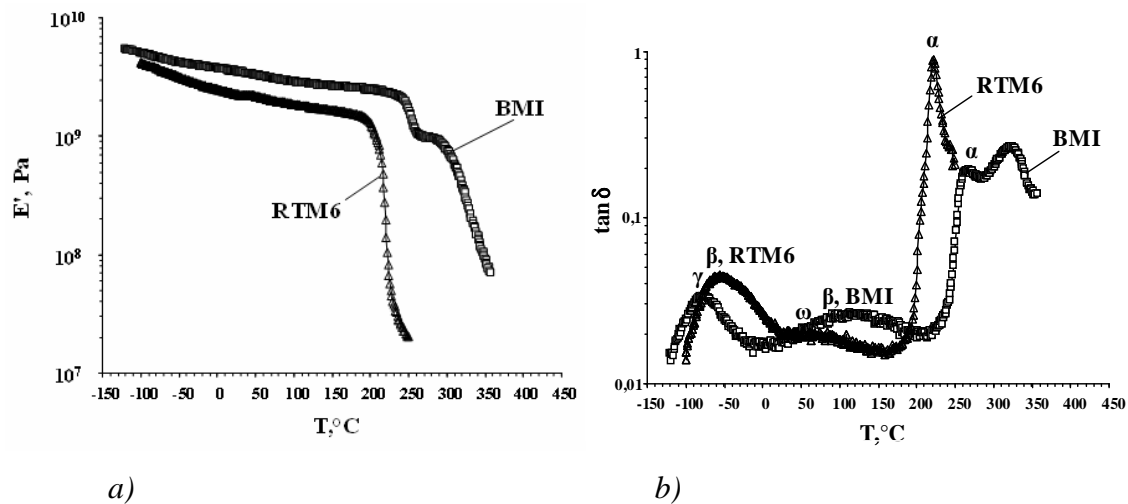


Fig. II-22 : Evolution du facteur de perte  $\tan \delta$  (a) et du module réel  $E'$  (b) en fonction de la température pour la résine BMI et RTM6 ( $f=10\text{Hz}$ )

#### II.7.2.4. Composite HexTOOL™

Afin de voir l'influence de l'orientation des fibres sur les propriétés viscoélastiques, une analyse en spectroscopie mécanique DMA a été menée sur différentes éprouvettes (A, B et C définies précédemment (cf. chapitre II, § 2.1). L'évolution du module réel  $E'$ , ainsi que l'angle de perte  $\tan \delta$  pour une fréquence de 10 Hz en fonction de la température est présentée sur la figure II-23. Les mêmes conditions de sollicitation, de dimension et de température appliquées précédemment pour la matrice BMI ont été utilisées pour le composite HexTOOL™. Notons que ces essais ont été effectués pour deux buts :

- vérifier l'isotropie dans le plan du composite,
- déterminer le module de conservation  $E'$  en profondeur.

Nous avons constaté que le module de conservation  $E'$  est légèrement plus élevé et que le niveau de  $\tan \delta$  est plus bas pour l'éprouvette A que pour les deux autres B et C. Cela peut être expliqué par la densité de fibres plus élevée dans la direction de sollicitation. La morphologie du matériau conduit localement à des disparités. Cependant, l'écart est relativement faible et varie de 10 à 15%. En revanche, les valeurs du module dans les directions B et C sont quasi similaires (la différence entre les deux est d'environ 5 %).

De point de vue macroscopique (i.e sur l'échelle de la plaque entière) on peut considérer le matériau comme quasi-isotrope.

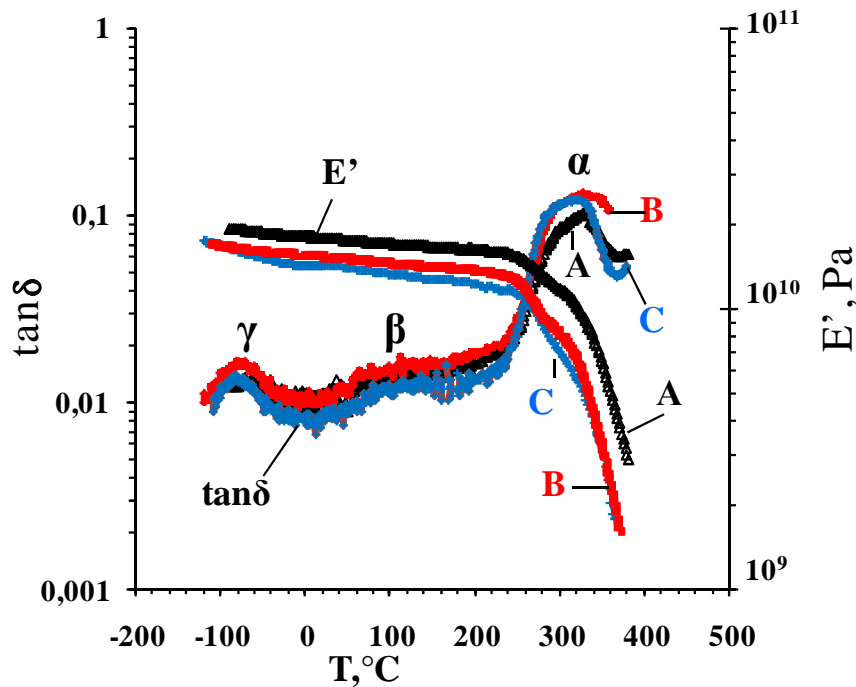


Fig. II-23 : Caractérisation de différentes orientations des fibres dans le composite HexTOOLTM par spectrométrie mécanique ( $f = 10$  Hz) : l'éprouvette A - coupe sur la tranche selon l'axe OY, b) l'éprouvette B- coupe sur la tranche selon l'axe OX; c) l'éprouvette C – coupe à la surface selon l'axe OX.

La figure II-24 compare les spectres de  $E'$  et de  $\tan \delta$  obtenus sur un échantillon de composite HexTOOL<sup>TM</sup> et de sa matrice BMI pour une fréquence de 10 Hz. On peut faire les mêmes remarques que pour la matrice BMI : les trois relaxations mécaniques  $\gamma$ ,  $\beta$ , et  $\alpha$  sont observées à des températures quasi similaires:

- ⇒  $T_\gamma = -80$  °C,
- ⇒  $T_\beta = 100$  °C,
- ⇒  $T_\alpha = [310^\circ\text{C} - 325^\circ\text{C}]$ .

L'amplitude des pics à 10 Hz est bien évidemment très inférieure à celle observée pour la résine BMI du fait de la présence des fibres. L'épaule du pic  $\alpha$ , bien que moins net que dans le cas de la matrice seule, est cependant visible. On peut par conséquent supposer que la matrice au sein du composite est également sous-réticulée. Notons que la pente du module de conservation  $E'$  de composite est très stable dans le domaine « vitreux » jusqu'à 200°C par rapport à sa matrice.



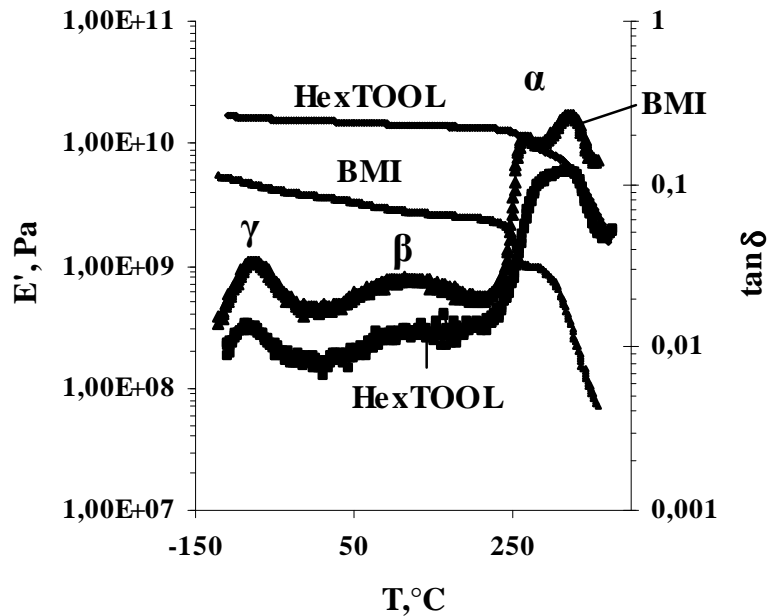


Fig. II-24: Comportement viscoélastique du composite HexTOOL™ et de sa matrice BMI  
( $f=10$  Hz)

La figure II-25 montre l'effet d'un vieillissement humide du composite HexTOOL™ sur l'évolution de  $E'$  et de  $\tan \delta$  en fonction de la température. Deux types d'éprouvettes ont été étudiés et comparés: à l'état sec et humide. La seconde a subi un vieillissement humide par immersion dans l'eau à la température ambiante pendant 30 minutes ( $\sim 1\%$  reprise en eau [102]). L'eau joue le rôle de plastifiant qui abaisse la relaxation  $\alpha$  du matériau vieilli. Cependant, la température associée au maximum de la relaxation  $\alpha$  du matériau vieilli est difficile à déterminer car l'eau s'évapore au cours de l'essai, d'où le double pic très large observé. Cependant, cet essai met en évidence l'influence de l'humidité sur les caractérisations mécaniques de l'HexTOOL™ jusqu'aux températures relativement moyennes (variation à partir de  $100$  °C pour le taux d'humidité considéré). En conséquence, les éprouvettes pour les essais de durabilité en fretting seront conservées avant test dans des conditions hydrométriques bien définis (50% HR,  $20$  °C).

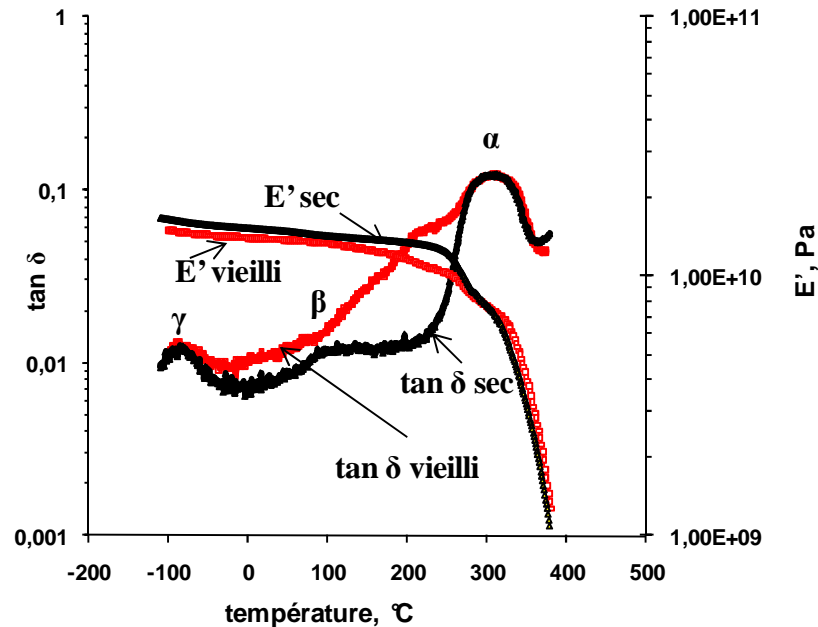


Fig. II-25 : Influence d'un vieillissement hydrique sur les propriétés viscoélastiques du composite HexTOOL™ ( $f=10$  Hz)

#### II.7.2.5. Synthèse

L'ensemble des résultats obtenus sur les matériaux RTM6, BMI et HexTOOL™ montrent que:

- ✓ La transition vitreuse associée à la relaxation principale  $\alpha$  implique une chute importante des propriétés mécaniques des matériaux étudiés.
- ✓ La température de la relaxation  $\alpha$  est plus élevée pour la résine BMI ([265°C - 325°C] à 10 Hz) que pour la résine RTM6 (225°C à 10 Hz).
- ✓ Dans toute la gamme de températures considérées la pente du module de conservation  $E'$  au plateau vitreux est plus raide dans le cas de la résine RTM6 que dans le cas de la résine BMI. En conséquence, l'amplitude du pic de la transition  $\alpha$  est plus faible pour la résine BMI que pour la résine RTM6.
- ✓ La résine BMI est sous-réticulée dans son état de livraison. Le deuxième balayage par DMA nous l'a mis en évidence.
- ✓ La zone de la transition vitreuse du composite est décalée vers les températures les plus élevées par rapport à sa matrice et se trouve dans la gamme de [310°C-325°C]. Grâce à la présence des fibres, le niveau du module  $E'$  de la résine BMI a nettement augmenté et l'amortissement diminué.

## II.8. CONCLUSION

Le composite HexTOOL™ à matrice bismaléimide renforcée par des fibres de carbone élaboré par la société Hexcel est un nouveau matériau pour la fabrication des moules RTM qui est capable de travailler jusqu'à 300°C. Les fibres dans ce composite sont réunies dans les mèches pré-imprégnées de courte dimension, dispersées aléatoirement dans le plan du composite et qui conduisent à un comportement global quasi-isotrope. Le procédé de mise en œuvre de ce composite est élaboré en autoclave. L'avantage du composite HexTOOL™ par rapport aux autres composites classiquement utilisés est sa facilité à l'usinage et au polissage.

Très peu de données étant disponibles sur ce matériau, une étude importante focalisée sur la caractérisation morphologique, physico-chimique, viscoélastique et mécanique a été effectuée non seulement sur le composite HexTOOL™ mais aussi sur sa matrice BMI.

- ✓ La caractérisation morphologique, basée sur les observations optiques et microscopiques (MEB) nous ont montré la complexité de la structure de ce composite.
- ✓ La DSC nous a permis de déterminer la température vitreuse de la matrice BMI. La même approche sera développée dans le chapitre IV pour caractériser le comportement du lit de débris généré dans l'interface.
- ✓ Les relaxations moléculaires (spectrométrie mécanique DMA) ont mis en évidence une sous-réticulation de la matrice BMI, phénomène vraisemblablement aussi prononcé au sein du composite HexTOOL™.



# **CHAPITRE II**

## **Partie B**



# **MÉTHODES D'ANALYSES TRIBOLOGIQUE**



## II.9. DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL DE L'ESSAI FRETTEING

### II.9.1. Machine NENE

Les essais de fretting ont été réalisés sur une machine NENE du Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes (LTDS). La sollicitation est générée par un pot vibrant électromagnétique comme illustré sur la figure II-26.

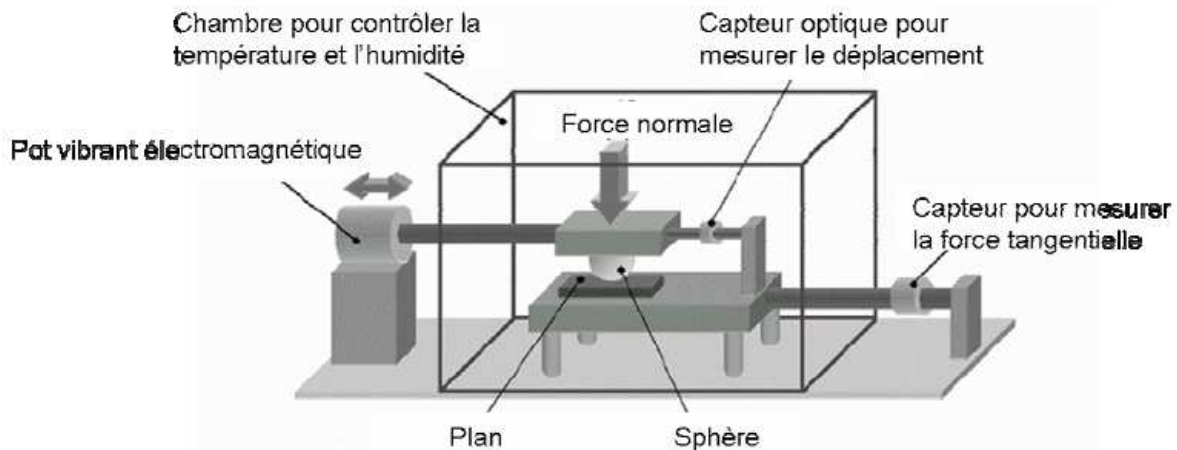


Fig. II- 26 : Schéma de la machine NENE

Un contact de type sphère/plan a été retenu dans ce travail. Le principe consiste à soumettre l'antagoniste 100Cr6, de forme sphérique (rayon 22,22 mm) en contact avec l'un des matériaux étudiés, de forme rectangulaire ( $4,1 \times 20 \times 25 \text{ mm}^3$ ), à des mouvements alternatifs asservis sous une charge normale constante. Cette machine nous permet d'appliquer une force normale comprise entre 30 et 400 N. Dans les cas des polymères non renforcés cette force varie entre 30 et 250 N, alors que dans le cas du composite elle varie entre 30 et 350 N. L'amplitude de débattement utilisée est comprise entre  $\pm 5 \mu\text{m}$  et  $\pm 250 \mu\text{m}$ . La fréquence du chargement tangential est imposée et égale à 10 Hz. Les tests sont réalisés dans une chambre fermée isolée et dans une atmosphère contenant une humidité relative comprise entre 40 et 50%. L'intervalle de température choisi pour l'étude est compris entre 25 et 240°C. Pour réaliser des tests en fonction de la température, une résistance électrique est placée au-dessous du porte échantillon. La température est mesurée par l'intermédiaire de trois thermocouples. Un premier thermocouple placé sur la surface de l'échantillon à proximité de la zone du contact (la température de consigne) et un second thermocouple à l'intérieur de l'éprouvette rectangulaire. Afin de s'assurer de la distribution

homogène de la température autour du contact, un troisième thermocouple est placé sur la bille. Après stabilisation de la température, on retire ce dernier du contact. Afin de maintenir la température constante au niveau du contact, un tissu thermo-isolant est utilisé.

Lors d'un essai, la force tangentielle ( $Q^*$ ) et le déplacement relatif ( $\delta^*$ ) de l'échantillon mobile (bille) par rapport à l'échantillon fixe sont enregistrés en continu. A chaque cycle, le cycle de fretting  $Q^*-\delta^*$ , représentatif de la sollicitation tribologique du matériau, est tracé.

## **II.10. PROFILOMÈTRE INTERFÉROMÉTRIQUE**

Pour mesurer la rugosité et le volume usé des plans et des sphères nous avons utilisé un profilomètre interférométrique qui permet de fournir rapidement des mesures précises de la topographie 3D sur une profondeur comprise entre 0,1 nanomètre et 10 millimètres. Les possibilités de balayage étendues rendent ce système idéal pour les échantillons de grandes dimensions. Les axes motorisés XYZ couplés à la possibilité d'inclinaison de l'axe Z permet une analyse très facile des échantillons et des traces d'usure.

L'analyse de la rugosité a été effectuée sur les surfaces plan des deux résines BMI et RTM6 et du composite HexTOOL<sup>TM</sup>, ainsi que sur leur antagonistes sphériques (bille 100Cr6) (fig. II-27). Les valeurs de rugosité moyenne mesurée ( $R_a$ ) sont présentées dans le Tableau II-8.

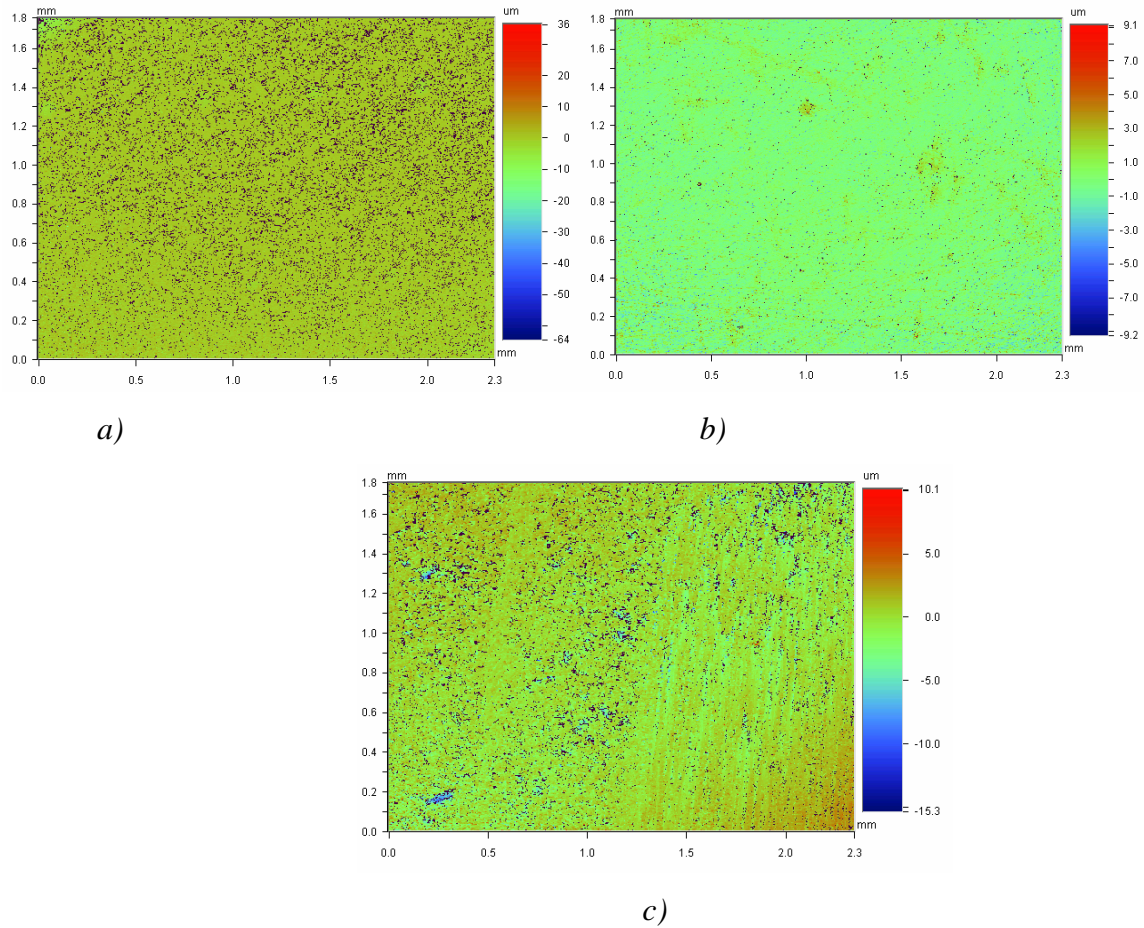


Fig. II-27 : Topographie 2D mesurée par profilomètre interférométrique Veeco® : a) BMI ; b) RTM6 ; c) HexTOOL™

Ra <sub>BMI</sub> , μm	Ra <sub>RTM6</sub> , μm	Ra <sub>HexTOOL</sub> , μm	Ra <sub>100Cr6</sub> , μm
0,778	0,5	2	0,1

Tab. II-8 : Valeurs moyennes de rugosité des matériaux étudiés

Le logiciel d'analyse permet de multiples fonctionnalités et en particulier la mesure des volumes d'usure des plans (fig. II-28) mais aussi sur des sphères (fig. II-29) ou des cylindres.

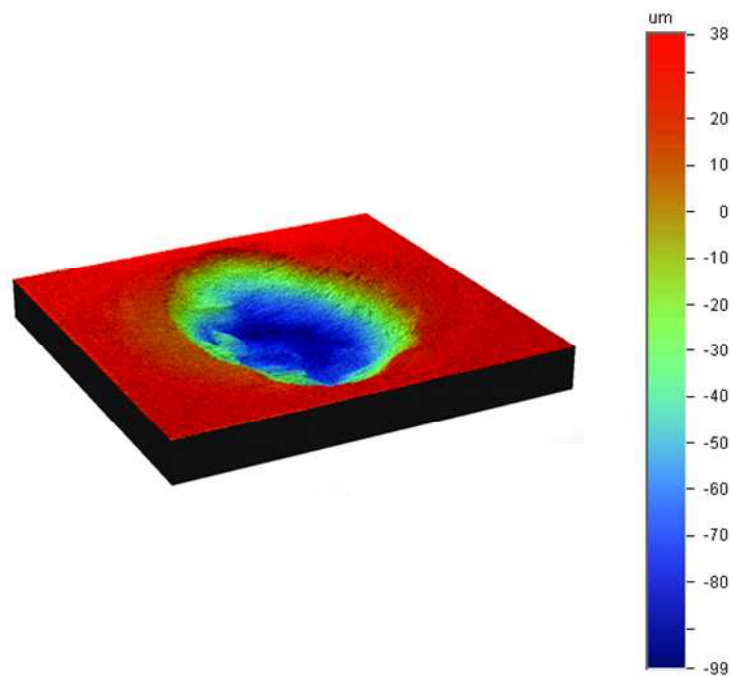


Fig. II-28 : Topographie 3D mesurée par profilomètre interférométrique Veeco<sup>®</sup> de la partie usée du plan

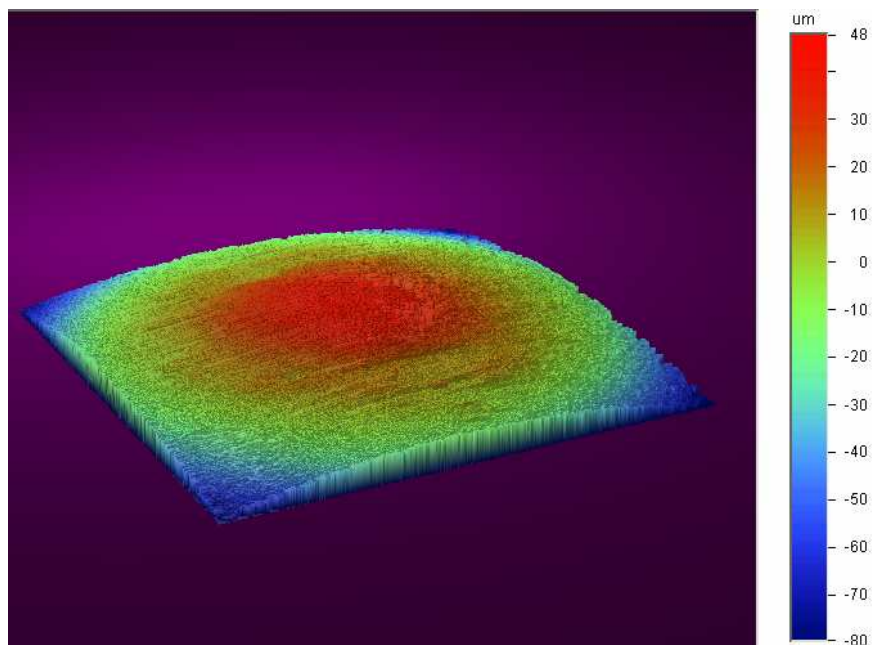


Fig. II-29 : Topographie 3D mesurée par profilomètre interférométrique Veeco<sup>®</sup> de la partie usée de la sphère



## II.11. CONTACT DE HERTZ EN INDENTATION NORMALE

Hertz H. [103] a montré que lorsque deux solides de révolution sphérique sont mis en contact sous l'effet d'un effort normal, l'aire de contact est un cercle de rayon « a ». Dans notre étude la configuration sphère/plan a été choisie (fig. II-30).

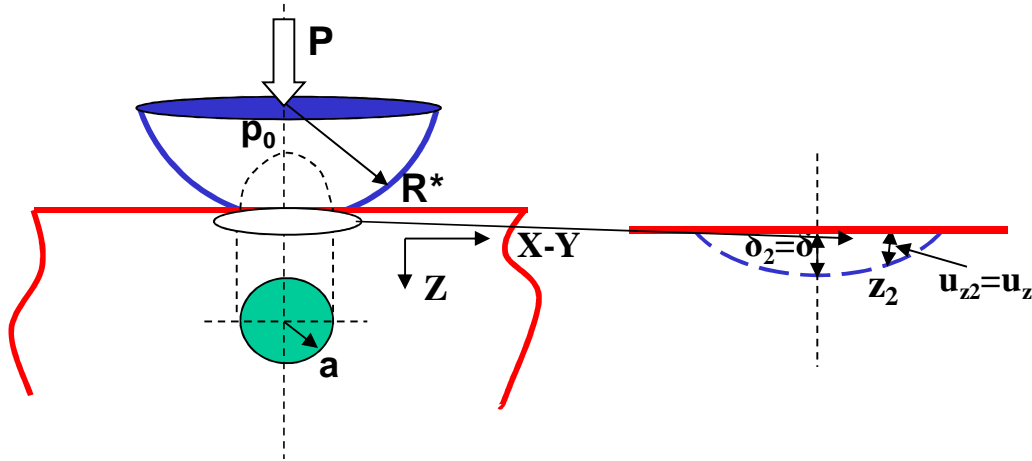


Fig. II-30 : Contact de Hertz en indentation normale : configuration sphère/plan.

La théorie de Hertz permet d'établir différentes relations en fonction de l'effort normal, des propriétés élastiques et de la géométrie de contact.

Dans ce chapitre, les indices 1 et 2 des équations correspondent respectivement au plan des matériaux (BMI, RTM6 et HexTOOL<sup>TM</sup>) et de la sphère (100Cr6).

Selon cette théorie le rayon équivalent  $R^*$  du contact est déterminé par la relation :

$$\frac{1}{R^*} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \quad (\text{II-8})$$

Pour le contact sphère/ plan nous avons  $R_1 = \infty$  et donc  $R^* = R_2$ .

Le module élastique du contact  $E_c$  est déterminé par :

$$\frac{1}{E_c} = \frac{1 - \nu_1^2}{E_1'} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \quad (\text{II-9})$$

avec  $E_1'$ ,  $E_2$  – correspondent respectivement au module de conservation  $E'$  du plan et du module élastique de la sphère.

$\nu_1, \nu_2$  – correspondent respectivement aux coefficients de Poisson du plan et de la sphère. Le coefficient de Poisson  $\nu_1$  des matériaux étudiés varie avec la température. Cependant l'analyse est limitée au plateau vitreux et par conséquent, il sera considéré comme constant à une valeur moyenne de 0,35 pour les résines RTM6 [104] et BMI (données de fournisseur) et de 0,3 pour le composite HexTOOL™.

Le rayon de contact (a) est exprimé donc par:

$$a = \left( \frac{3 \cdot P \cdot R^*}{4 \cdot E_C} \right)^{1/3} \quad (\text{II-10})$$

L'enfoncement maximale de la sphère dans le plan  $\delta_{\text{ind}}$  (dans la figure II-30  $\delta_{\text{ind}} = \delta_2 = \delta$ ) est égal à :

$$\delta_{\text{ind}} = \frac{a^2}{R^*} = \left( \frac{9 \cdot P^2}{16 \cdot R \cdot E_C^2} \right)^{1/3} \quad (\text{II-11})$$

Le maximum de la pression au centre du contact  $p_0$  est donné par :

$$p_0 = \frac{3P}{2\pi \cdot a^2} = \left( \frac{6 \cdot P \cdot E_C^2}{\pi^3 \cdot R^*2} \right)^{1/3} = \frac{3}{2} \cdot p_m, \quad (\text{II-12})$$

$$P = \frac{\pi^3 R^*2}{6E_C^2} \cdot p_0^3 \quad (\text{II-13})$$

avec  $p_m$ , la pression moyenne du contact.

Ces relations restent valides tant que les hypothèses posées par Hertz sont vérifiées. Celles-ci se résument aux points fondamentaux suivants :

- Les surfaces sont continues et pas conformes :  $a \ll R^*$  ;
- Les déformations restent faibles :  $a \ll R^*$  ;
- Chacun des solides est considéré comme semi-infini :  $a \ll R^*$  ;
- Le contact est élastique et les matériaux sont supposés homogènes et isotropes ;

En considérant les équations II-8 et II-12, les paramètres du modèle de Hertz ont été calculés pour les deux résines RTM6 et BMI et pour le composite HexTOOL™ à température ambiante (Tableau II-9).

Matériaux	$E_1'$ , GPa	$E_2$ , GPa	$\nu_1$	$\nu_2$	$E^*$ , GPa	$R^*$ , mm	P, N	a, mm	$\delta_{ind}$	$p_0$ , MPa
RTM6	2,25	210	0,35	0,3	2,5	22,22	30	0,6	0,015	42
							75	0,8	0,028	57
							120	0,2	0,038	67
							200	1,1	0,054	80
							250	1,2	0,063	86
BMI	3,52	210	0,35	0,3	3,9	22,22	30	0,5	0,011	57
							120	0,8	0,029	90
							250	1,02	0,047	115
HexTOOL	32	210	0,3	0,3	30	22,22	30	0,27	0,003	190
							120	0,43	0,008	300
							350	0,62	0,017	435

Tab. II-9 : Paramètres du modèle de Hertz des matériaux étudiés à 20°C

L'application des pressions supérieures au seuil de la résistance en compression du composite HexTOOL<sup>TM</sup> a comme finalité la compréhension du comportement de ce matériau dans les conditions extrêmes (cf. chapitre II partie A, § 1.2, Tab. II-2). Alors que pour les résines BMI et RTM6 on s'est intéressé à l'application des pressions inférieures à leurs seuils de résistance en compression et [105]- [106]- [107].

## II.12. CARACTÉRISATION DES PROPRIÉTÉS ÉLASTIQUES PAR UNE MÉTHODE INDIRECTE BASÉE SUR DES ESSAIS DE FRETTEMENT

Une méthode originale de mesure indirecte du module élastique par des essais de fretting est ici développée [108]. Elle a été appliquée sur la résine époxyde (RTM6). Une bonne corrélation a été trouvée entre les résultats de fretting et les données de l'analyse DMA ce qui permet de combiner ces deux méthodes pour extraire les propriétés mécaniques des matériaux.

### II.12.1. La modélisation numérique

Les courbes du module de conservation mesurées par DMA sont tracées sur la figure II-19 de la partie A. Dans cette approche nous utiliserons les résultats à 1 Hz et 10 Hz. En effet, ces courbes montrent que la réponse visqueuse ( $\tan \delta$ ) est négligeable jusqu'à 200°C. Par conséquent, on peut considérer en première approximation que le matériau présente un comportement élastique jusqu'à cette température et donc, que le modèle de Hertz peut être appliqué.

En raison de considérations industrielles, les échantillons de la résine RTM6 sont limités à une épaisseur de 4 mm. Cette épaisseur est relativement faible par rapport à l'hypothèse de Hertz dans le cas d'un contact semi-infini. En effet, il a été montré que le formalisme de Hertz ne peut être appliqué que si le rayon de contact ( $a$ ) reste plus petit que l'épaisseur de l'échantillon (c'est-à-dire  $e/a > 10$ ). Afin de quantifier l'erreur induite par l'utilisation de plaques minces de 4 mm, une simulation par éléments finis, effectuée par le code commercial ABAQUS est réalisée pour deux épaisseurs  $e = 4$  et  $e = 10$  mm permettant de comparer ainsi l'évolution de la distribution des champs de pression en surface [109].

Le modèle 2D axisymétrique, élastique, standard est appliqué pour simuler l'essai d'indentation. Les détails de la configuration sphère/plan modélisé ainsi que le maillage utilisé sont décrits dans la figure II-31. Le maillage est composé d'éléments linéaires triangulaires axisymétriques (CAX3). Les éléments triangulaires sont utilisés pour diminuer le « coût » de l'analyse numérique. La sphère a un rayon de 22,22 mm. Elle est totalement encadrée, sauf dans le sens vertical (OY). Le plan de dimension 120 x 4 mm dans le premier cas, et 120 x 10 mm dans le deuxième cas, est totalement encadré. Du fait de la symétrie du montage, seule la moitié de l'échantillon a été modélisée (fig. II-31). Une force normale de 75N a été appliquée et la distribution de champ de pression a été extraite, en utilisant une procédure similaire à celle décrite dans [110] et [111].

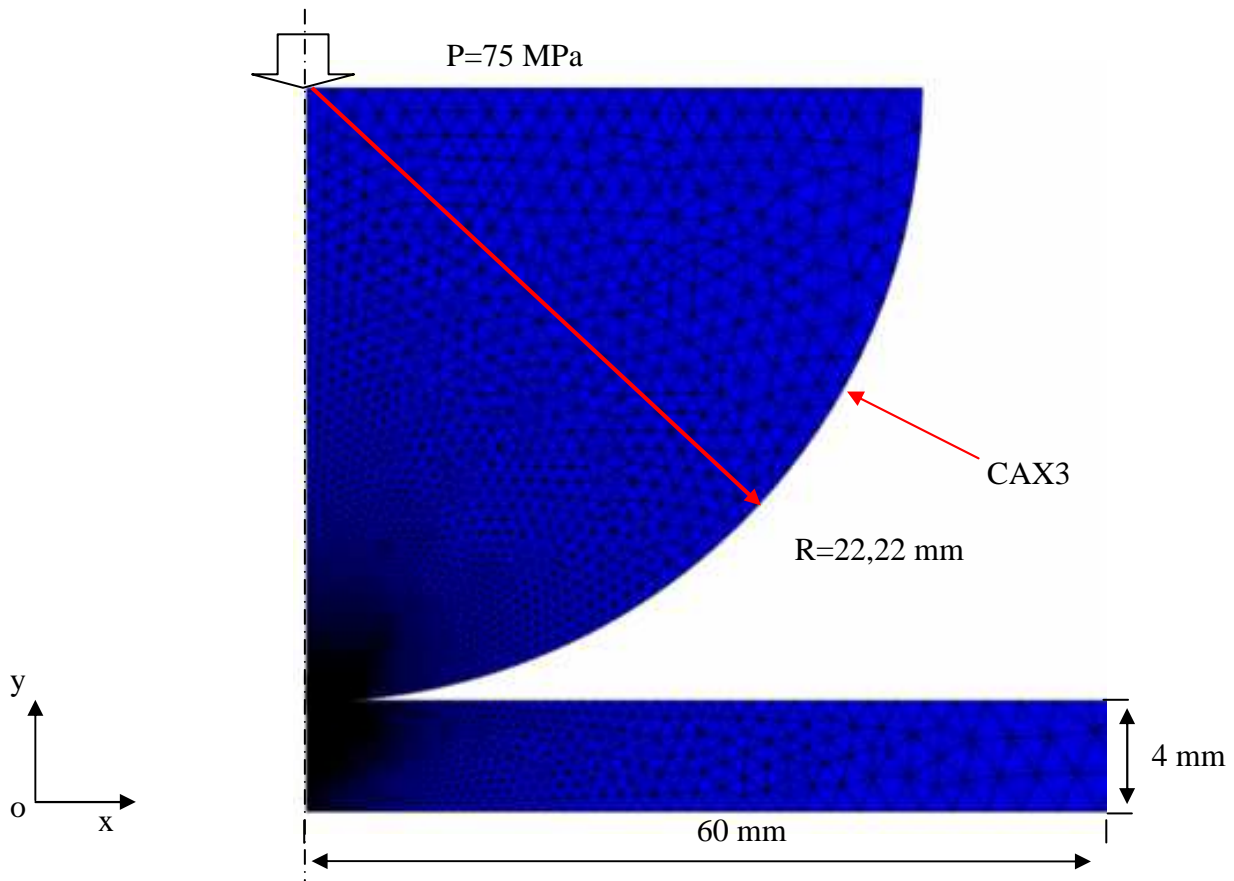


Fig. II-31: Model axisymétrique sphère/plan réalisé par le code ABAQUS.

En utilisant les relations de Hertz, on trouve  $a$  (Hertz) =  $0,80 \text{ mm}$  pour la force normale  $P=75\text{N}$ , soit un rapport  $e/a$  égal à 5 et 12,5 pour des épaisseurs de 4 et 10 mm.

La figure II-32 compare les profils de pression de contact en fonction du rayon de contact pour les deux épaisseurs mentionnées. Les profils de pression sont quasiment superposés. L'analyse par éléments finis conduit au même rayon de contact  $a = 0,79 \text{ mm}$  pour les deux épaisseurs. En outre, la différence entre les éléments finis et l'approche analytique de Hertz est négligeable (erreur  $< 1,25\%$ ) (cf. chapitre II, Fig. II-32 et tableau II-9). Par conséquent, la théorie de Hertz peut être appliquée même pour les éprouvettes de 4 mm, d'épaisseur que nous étudions.

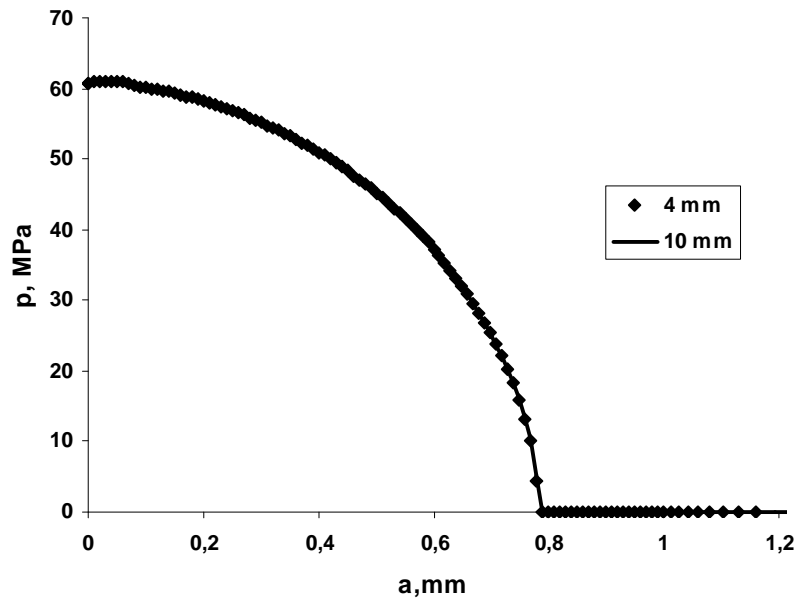


Fig. II-32 : Evolution de la pression en fonction du rayon de contact ( $a$ ) pour les deux épaisseurs : 4 et 10 mm.

### II.12.2. Identification des propriétés mécaniques à travers une méthode indirecte basée sur les essais de fretting

Les tests de l'indentation instrumentée [112], [113], [114], [115] permettent d'identifier le module élastique d'un matériau par l'analyse des courbes charge/décharge.

La méthode décrite dans ce travail est basée sur le même principe d'indentation mais avec une estimation directe de l'aire du contact élastique, grâce au marquage de surface induit par le déplacement alternatif lors du fretting. Elle implique trois étapes:

- Détermination du rayon de contact ( $a$ ) par couplage de la méthode d'indentation réalisée par fretting et la théorie de Hertz définie pour un contact élastique.
- Détermination des propriétés élastiques basées sur le formalisme de Hertz à partir de la valeur expérimentale du rayon de contact ( $a$ ) (point 1).
- Comparaison de propriétés élastiques extraites de l'étude de contact et de l'analyse DMA.

L'équation (II-10) permet de déduire le module élastique du contact  $E_c'$ :

$$E_c = \frac{3 \cdot P \cdot R^*}{4 \cdot a^3} \quad (\text{II-14})$$

La théorie de Hertz permet également d'exprimer cette variable par la relation II-9.

En remplaçant le module élastique du contact  $E_c$  de l'équation (II-9) par l'équation (II-14), il est possible de déterminer le module de conservation du plan  $E_1'$  (c'est-à-dire RTM6):

$$E_1' = \frac{(1 - \nu_1^2)}{\left( \frac{4a^3}{3P \cdot R^*} - \frac{(1 - \nu_2^2)}{E_2} \right)} \quad (\text{II-15})$$

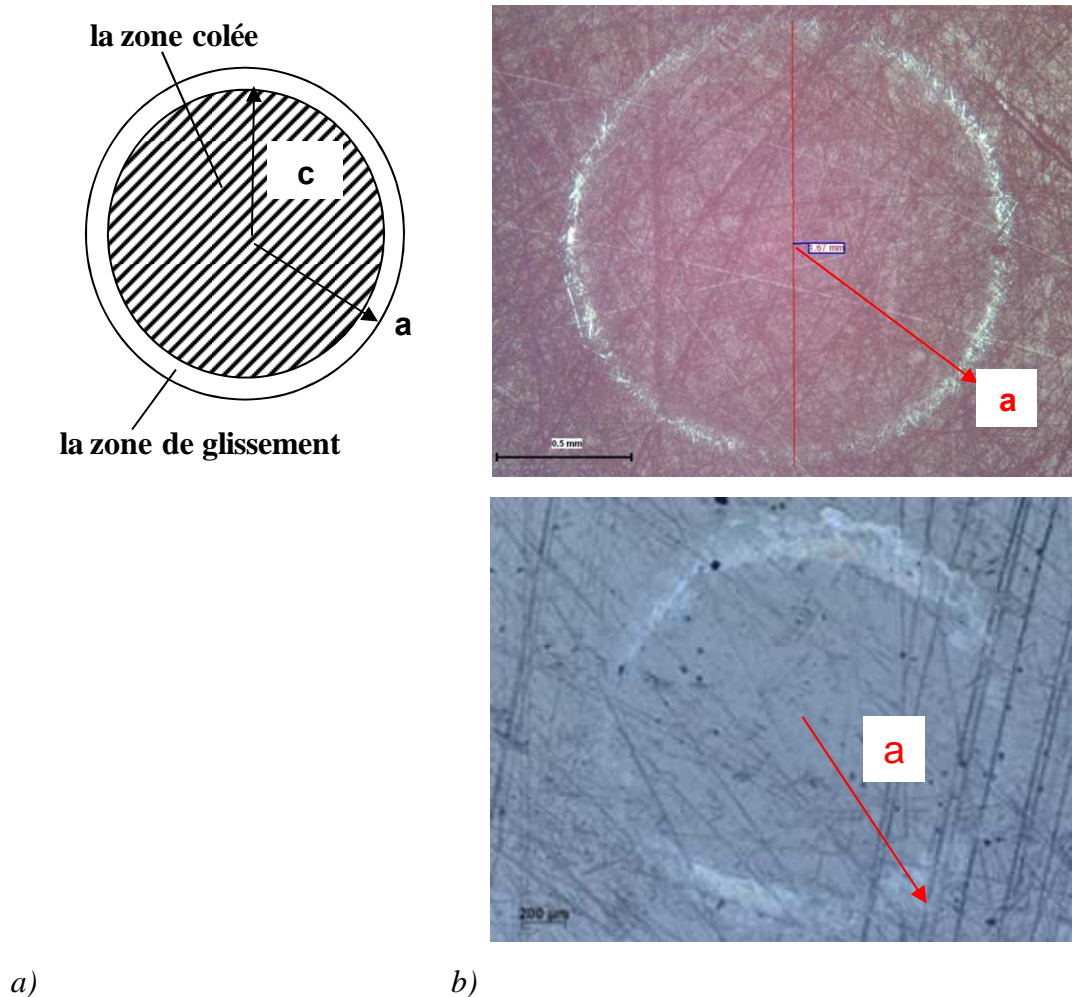
avec  $P$ ,  $R$ ,  $\nu_1$ ,  $\nu_2$  et  $E_2$  sont connus et le rayon de contact ( $a$ ) est mesuré à partir des observations post-mortem de traces du fretting.

Une des principales difficultés de cette méthode est la mesure du rayon de contact ( $a$ ). Il peut être indirectement obtenu par l'analyse des courbes charge/ décharge des essais en indentation instrumentée [112], [113], [114], [115] ou par l'observation in situ de la zone de contact des matériaux transparents [39]. Ces deux méthodes sont toutefois limitées lorsque des températures élevées sont appliquées et des matériaux non transparents sont étudiés, comme dans notre cas.

Le protocole expérimental de la méthode que nous proposons est le suivant :

- Application d'une charge normale  $P$ , suivi par un chargement cyclique de fretting ( $< 1000$  cycles) à faible débattement ( $\delta = \pm 4\mu\text{m}$ ) afin de marquer la zone de contact sans attirer la fissuration ou l'endommagement de l'interface (Fig. II-33). Des très faibles amplitudes de débattement sont imposées afin de maintenir le régime de glissement partiel (RGP).
- L'observation micrographique/macrographique post-mortem, permet de mesurer le rayon de contact. Les propriétés élastiques ( $E_1'$ ) sont ensuite calculées.

Cette analyse a été menée, en fixant la force normale constante à 75N et en faisant varier la température de 25 ° C à 220 ° C.



*Fig. II-33 : Détermination du rayon de contact par observation optique (a) : a) théorie de Hertz ; b) analyse au microscope optique du contact (contact sphère/plan, 100Cr6/ RTM6,  $P=75\text{N}$ ,  $\delta^* = \pm 4\mu\text{m}$ , en haut :  $T= 90^\circ\text{C}$ , en bas :  $T=200^\circ\text{C}$ )*

Le tableau II-10 synthétise les résultats de différents rayons du contact mesurés (a) en utilisant cette méthode et les valeurs de  $E_1'$  déduites en fonction de la température.



T, °C	25	90	150	175	200	210	215	220
a, mm	0,8	0,85	0,9	0,91	0,98	1,15	1,4	2,1
$E_1'$ (RTM6), GPa (Eq. II-15)	2,2	1,8	1,52	1,47	1,17	0,72	0,4	0,12

Tab. II-10 : Détermination expérimentale du rayon de contact ( $a$ ) et du module réel extrapolé  $E_1'$  pour la gamme de températures [25-220°C] ( $P=75N$ ,  $\nu_1=0,35$ ).

La figure II-34 montre l'évolution du rayon de contact mesuré ( $a$ ) en fonction de la température sur l'intervalle [25-200°C]. Le rayon de contact sur cet intervalle est quasiment constant. Au-delà de 200°C environ, une forte augmentation est observée. Ce qui explique que la zone de contact dépend de la réponse visqueuse, ainsi que du fluage du matériau. Comme nous témoigne l'analyse DMA, au dessus de 200° C, le module de conservation de la résine RTM6 est brusquement diminué, ce qui favorise une forte augmentation du rayon de contact (cf. chapitre II, fig. II-19 partie A).

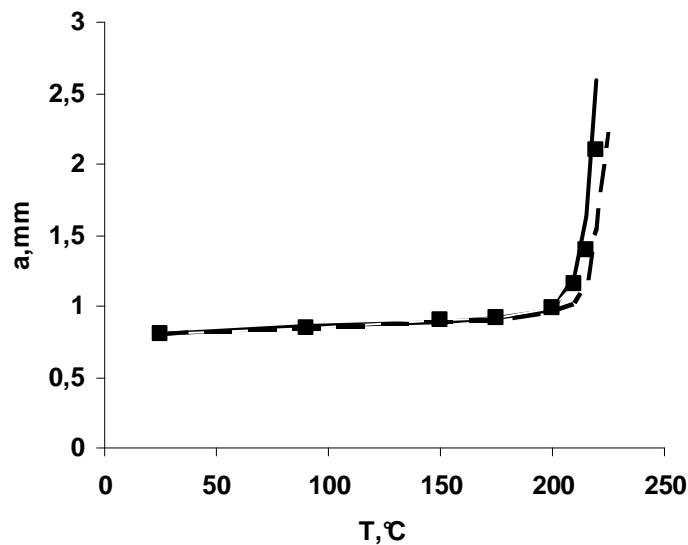


Fig. II-34 : L'évolution du rayon de contact en fonction de la température ( $P=75N$ ) :

■ - les données expérimentales (l'étude post-mortem de la trace du fretting) ;

— et ---- - prédiction théorique (Eq. II-10), en utilisant des propriétés mécaniques issues des mesures DMA

Ces résultats expérimentaux sont comparés aux résultats donnés par l'expression de Hertz (Eq. II-10), en introduisant l'évolution du module de conservation, obtenu par DMA

dans l'intervalle à 1 - 10 Hz. Une bonne corrélation est observée. Toutes les valeurs expérimentales du rayon de contact sont du même ordre de grandeur que les valeurs du rayon de contact calculées à partir des valeurs de module issues de l'analyse DMA. En outre, l'erreur reste très faible (< 5 %) dans l'intervalle [25-200°C]. Ceci suggère que la variation du rayon de contact en fonction de la température peut être prédite par le couplage de la théorie de Hertz et d'une analyse précise de DMA.

Cette suggestion est confirmée par la figure II-35 où le module de conservation définie à partir de l'analyse DMA ( $E_r'$ ), est tracé en fonction du module de Young extrapolé à partir de la mesure post-mortem des rayons de contact l'analyse de contact ( $E_1'$ ), ceci pour les différentes températures étudiées.

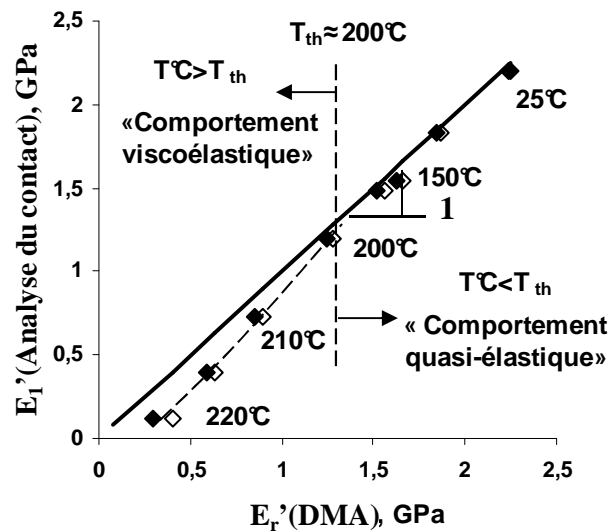


Fig. II-35 : Evolution du module élastique défini par l'analyse du contact (c'est-à-dire observation post-mortem de la trace du fretting) et celui défini de l'analyse de DMA (la gamme des températures étudié : 25-220°C) : ◆ - 1 Hz, ◇ - 10 Hz.

—— - courbe théorique.

Une très bonne corrélation est observée, pour les valeurs des modules de Young élevées. Cela confirme la fiabilité de cette méthode tant que le formalisme de Hertz peut être envisagé (> 1,3 GPa). En effet, au-dessus  $T_{th} \sim 200^\circ\text{C}$  on note une divergence croissante entre les valeurs issues de la mesure du rayon de contact (théorie de Hertz) et, les valeurs expérimentales issues de l'analyse DMA suite à une forte augmentation de la réponse visqueuse, ainsi que du phénomène de fluage du matériau (fig. II-19 partie A). Toutefois, pour des applications industrielles, la résine RTM6 n'est jamais utilisée pour des températures au

dessus de 200°C. Par conséquent, il semble que cette analyse peut être considérée comme une méthode utile et pratique pour extrapoler les propriétés élastiques du matériau dans des conditions de températures ambiantes, mais aussi jusqu'à la zone de transition vitreuse et très certainement pour des températures négatives.

## **II.13. CONCLUSION**

Dans cette deuxième partie de chapitre II une nouvelle méthode de mesure du module élastique en fonction de la température pour la résine époxyde RTM6 a été proposée. Elle consiste à appliquer une force normale donnée suivie par quelques cycles en régime de glissement partiel (RGP) pour marquer la zone de contact. Le rayon du contact mesuré par observation post-mortem optique couplée avec le formalisme de Hertz permet ensuite de calculer les propriétés élastiques du matériau. Pour valider cette approche originale, les valeurs élastiques obtenues ont été comparées avec celles obtenues par DMA. Une bonne corrélation a été observée. L'erreur relative reste inférieure à 5% en dessous de 200° C par rapport aux valeurs de référence DMA. Cependant, au-dessus de 200° C, l'écart observé à partir de l'estimation de Hertz a été corrélé à une réponse visqueuse significative du polymère.

Par rapport aux techniques classiques de l'indentation instrumentée [116], la méthode proposée présente trois grands avantages :

1. En utilisant l'indentation, l'aire du contact est déterminée par le déplacement normal estimé dans le contact qui est très influencé par la rigidité de l'appareil d'indentation. La méthodologie proposée permet une estimation directe de l'aire de contact élastique, grâce au marquage de la surface induit par le déplacement alternatif lors du fretting.
2. Cette méthodologie de contact peut être adoptée facilement pour des températures très élevées, car elle n'est pas affectée par les effets de dilatation thermique, contrairement aux systèmes conventionnels d'essais instrumentés où le déplacement de l'indentation est très affecté par tout gradient thermique.
3. Elle n'implique que de mesure de déplacement et donc, la mise en place d'un tel essai est relativement peu onéreuse.

Cette approche, cependant, affiche certaines limites. Comme pour le système de l'indentation instrumentée, elle peut être affectée par des effets de la rugosité de surface [117] - [118]. Cela implique un polissage systématique de la surface. Mais dans notre cas, une surface lisse a été utilisée ( $R_a = 0,5 \mu\text{m}$ ). En outre, contrairement à la méthode de l'indentation instrumentée, cette approche n'est actuellement pas en mesure de quantifier les réponses visqueuses et plastiques des matériaux. Toutefois, il pourrait être intéressant de combiner les deux méthodes - indentation instrumentée et la méthode basée sur les essais du fretting – afin de profiter de chaque méthodologie.

## CHAPITRE III

### CARTES DE SOLLICITATION LOCALE

*Jusqu'à présent, et comme on a vu déjà dans le chapitre précédent (cf. Chapitre II partie B, § 1.2), l'analyse théorique du contact sphère-plan fondée sur la description du contact de Hertz a été définie pour les conditions de sollicitations statiques. Dans ce chapitre, cette analyse sera décrite pour le cas d'un contact de Hertz glissant. Mindlin, moyennant certaines hypothèses et reprenant la description du contact de Hertz, donne une très bonne estimation du contact soumis à différents régimes de glissement. Après un rapide rappel des principales relations du modèle Hertz-Mindlin, appliquées aux différents régimes de sollicitation, nous introduirons le concept de débattement variable couplé au critère d'énergie 'A' afin de définir les frontières entre les domaines de glissement partiel et du glissement total. Nous avons choisi de présenter de façon détaillée les différentes bûches de fretting. L'évolution de ces dernières nous permettra d'établir les cartes de sollicitation locale. L'influence de la température sur l'évolution de ces cartes est analysée. Enfin, deux types de coefficients de frottement ont été étudiés : le coefficient de frottement  $\mu_t$  définissant la transition entre le régime de glissement partiel (RGP) et le régime de glissement total (RGT) et le coefficient de frottement stabilisé  $\mu_{stab}$  définissant le régime de glissement total. La loi de frottement des deux résines étudiées (RTM6 et BMI) dans le régime de glissement total a été établie pour différentes températures.*

## Sommaire

---

<i>CHAPITRE III</i> .....	<b>92</b>
<i>III.1. CONDITIONS DE SOLLICITATION</i> .....	93
<i>III.1.1. Contact Hertzien Glissant</i> .....	93
<i>III.1.2. Chargement Dynamique (Modèle de Mindlin)</i> .....	95
<i>III.2. DEFINITION DE LA TRANSITION DE GLISSEMENT</i> .....	99
<i>III.2.1. Méthode de débattements variables</i> .....	99
<i>III.2.2. Critère d'énergie A</i> .....	101
<i>III.3. CARTE DE SOLLICITATION LOCALE (CSL)</i> .....	102
<i>III.4. ANALYSE TRIBOLOGIQUE DES REGIMES : EVOLUTION DU COEFFICIENT DE FROTTEMENT</i> .....	110
<i>III.4.1. Détermination de coefficient de frottement à la transition de glissement <math>\mu_t</math></i> .....	110
<i>III.4.2. Détermination de coefficient de frottement stabilisé <math>\mu_{stab}</math> dans le régime de glissement total (RGT)</i> .....	113
<i>III.5. CONCLUSION</i> .....	118

---

### III.1. CONDITIONS DE SOLLICITATION

#### III.1.1. Contact Hertzien Glissant

Très souvent un déplacement tangentiel dynamique est associé au chargement normal P. Si aucun mouvement de rotation n'est possible, le massif frotte. Au déplacement imposé est associé un effort tangentiel Q qui s'exprime par:

$$Q = \mu P \tag{III-1}$$

Où  $\mu$  est le coefficient de frottement.

Cette loi de frottement dite de Coulomb peut être élargie en tout point du contact, la contrainte de cisaillement  $q$  est proportionnelle à la pression  $p$ .

$$|q(x, y)| = \mu(x, y) \cdot |p(x, y)| = \mu \cdot |p(x, y)| \quad (\text{III-2})$$

La distribution de cisaillement est identique au signe près à celle de la pression et la seule composante non nulle est celle orientée suivant la direction de glissement associée à l'axe des x (fig. III-1).

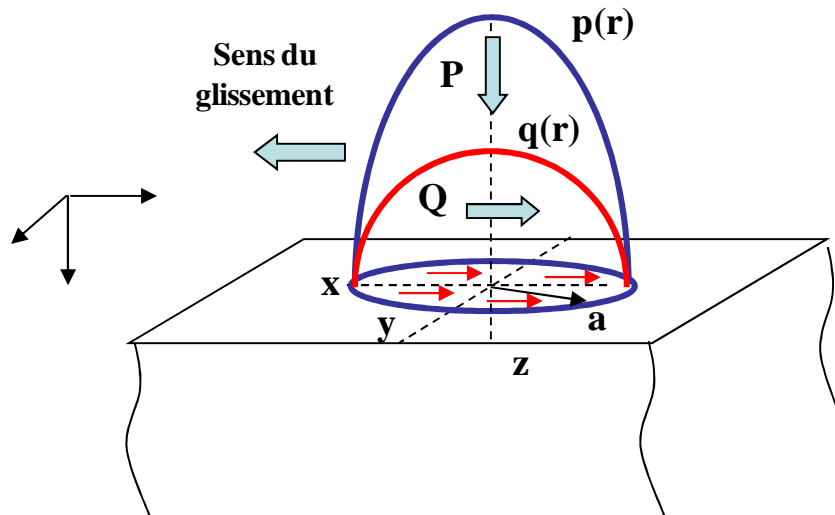


Fig. III-1 : Contact sphère-plan glissant

On peut décrire la distribution du contact de Hertz glissant en coordonnées radiales:

$$q(r) = \pm \mu p(r) = \pm \mu p_0 \left( 1 - \left( \frac{r}{a} \right)^2 \right)^{1/2} = \pm q_0 \left( 1 - \left( \frac{r}{a} \right)^2 \right)^{1/2} \quad (\text{III-3})$$

Où (a) est le rayon du contact.

Le signe « - » est associé au sens positif de glissement puisque la force de frottement s'oppose toujours au sens du déplacement.

### III.1.2. Chargement Dynamique (Modèle de Mindlin)

Le chargement de fretting est caractérisé par un effort normal maintenu constant, et un déplacement relatif  $\delta^*$ , et donc un effort tangentiel alterné tels que :  $Q(t) = [-Q^*, +Q^*]$  et  $\delta(t) = [-\delta^*, +\delta^*]$  (fig. III-2).

On peut quantifier l'évolution du cycle  $Q(t)=f(\delta(t))$ , en considérant pour une période  $T$  telle que  $t \in [0, T]$  les valeurs de l'amplitude du cycle soit,  $Q(t)=+Q^*$ ,  $\delta(t)=+\delta^*$  pour  $t=0$  ( $t=T$ ) au  $Q(t) = -Q^*$ ,  $\delta(t) = -\delta^*$  pour  $t=T/2$ .

La figure III-2 montre que pour un effort normal donné en fonction de l'amplitude de débattement  $\delta^*$ , l'évolution de l'amplitude de l'effort tangentiel  $Q^*$  présente trois domaines : A, B et C.

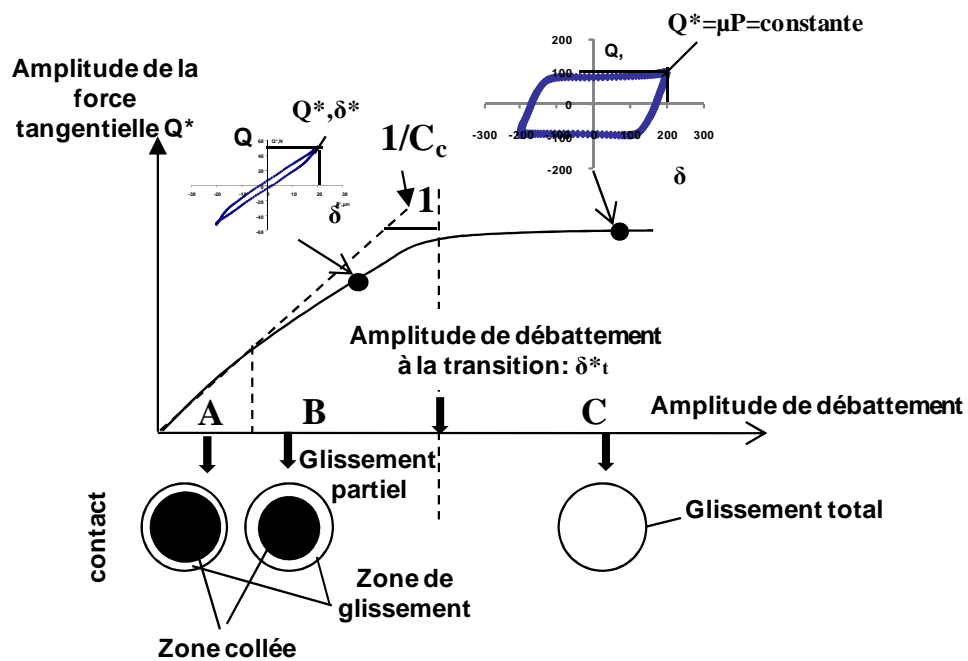


Fig. III-2. Schéma de l'évolution de l'amplitude de l'effort tangentiel  $Q$  en fonction de l'amplitude du débattement imposé  $\delta$ .

Pour les très faibles débattements (domaine A) on retrouve un comportement linéaire tel que  $Q^* = \delta^*/C_s$  où  $C_s$  est la complianse de contact exprimé par :



$$C_s = \frac{2K_1}{3} \cdot \frac{1}{a} \quad (\text{III.4})$$

$$K_1 = \frac{3}{16} \cdot \left( \frac{2-\nu_1}{G_1} + \frac{2-\nu_2}{G_2} \right) \quad (\text{III.5})$$

Où  $\nu_1$ ,  $\nu_2$  et  $G_1$  et  $G_2$  correspondent respectivement aux coefficients de Poisson et aux modules de cisaillement du plan et de la sphère.

Cette approximation est définie sous l'appellation de « condition de collage ». Les relations III-4 et III-5 sont en première approximation considérées comme valables dans le domaine de glissement partiel (caractérisé par un cycle elliptique, domaine B), c'est-à-dire pour  $\delta^* < \delta_t$  où  $\delta_t$  est l'amplitude à la transition de glissement partiel et glissement total, donnée par la relation suivante :

$$\delta_t = \frac{\mu PK_1}{a} \quad (\text{III-6})$$

Pour rappel, le glissement total du contact (domaine C) tel que  $\delta^* > \delta_t$  est caractérisé par un cycle de forme quadratique.

#### III.1.2.1. Sollicitation en glissement partiel

Dans le cas du glissement partiel les amplitudes du débattement ( $\delta^*$ ) et de l'effort tangentiel ( $Q^*$ ) sont telles que la condition de glissement total n'est jamais atteinte, c'est à dire:  $Q^* < \mu P$  et  $\delta^* < \delta_t$ . La figure III-3 montre la description et l'évolution du cycle de glissement dans le cas de glissement partiel sur un exemple de la résine BMI à la température ambiante ( $P=120\text{N}$ ,  $\delta^* = \pm [8-35\mu\text{m}]$ ,  $N=80000$  cycles).

Le contact est constitué d'une zone centrale toujours collée, de rayon  $c$ , et d'une zone de glissement qui oscille durant le cycle entre  $a$  (rayon du contact) et  $c$  (rayon de la zone toujours collée). La relation entre  $a$  et  $c$  peut être exprimée par le rapport  $k$  :  $k=c/a$ .

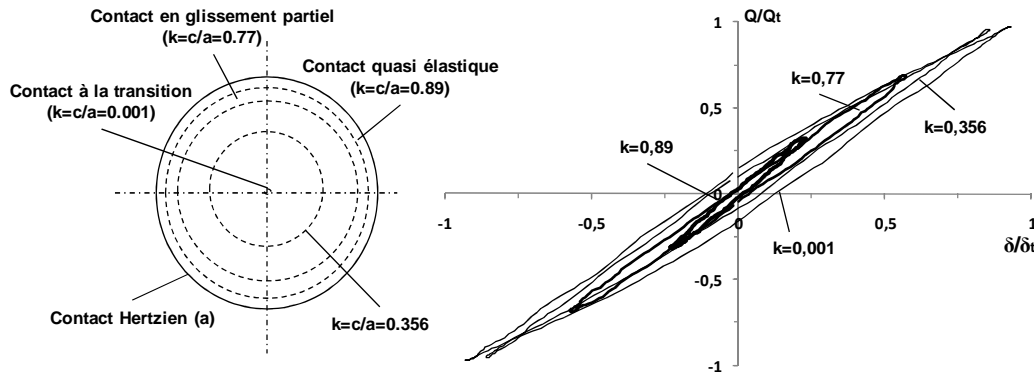


Fig. III-3 : Evolution du cycle de fretting pour différentes valeurs du rapport de glissement  $k=c/a$  dans le cas de la résine BMI.

A partir du formalisme de Mindlin [5], différentes expressions normalisées, permettant de quantifier la condition de glissement partiel en fonction de la condition de transition de glissement, peuvent être considérées :

$$\frac{Q^*}{Q_t} = 1 - \left(1 - \frac{\delta^*}{\delta_t}\right)^{3/2} = (1 - k^3) \quad \text{(III-7)}$$

$$k = \left(1 - \frac{\delta^*}{\delta_t}\right)^{1/2} = \left(1 - \frac{Q^*}{Q_t}\right)^{1/3} \quad \text{(III-8)}$$

$$\frac{\delta^*}{\delta_t} = 1 - \left(1 - \frac{Q^*}{\mu P}\right)^{2/3} = 1 - \left(1 - \frac{Q^*}{Q_t}\right)^{2/3} = (1 - k^2) \quad \text{(III-9)}$$

Où  $Q_t$  et  $\delta_t$  représentent les valeurs à la transition tel que  $Q_t = \mu P$  et  $\delta_t = \frac{\mu P K_1}{a}$

Le formalisme de Mindlin R.D. [5] permet aussi d'exprimer l'énergie dissipée ou le travail interfacial entre les deux corps en contact  $E_d$ . Cette variable est décrite en fonction de l'effort tangentiel  $Q^*$ , du paramètre  $k=c/a$  et de l'amplitude de débattement  $\delta^*$ .

Elle est exprimée par [22]:

$$\frac{E_d}{E_{dt}} = 6 \left[ 1 - \left(1 - \frac{Q^*}{\mu P}\right)^{5/3} - \frac{5Q^*}{6\mu P} \left(1 + \left(1 - \frac{Q^*}{\mu P}\right)^{2/3}\right) \right] \quad \text{(III-10)}$$

$$\frac{E_d}{E_{dt}} = 6 \left[ 1 - k^5 - \frac{5}{6}(1 - k^3)(1 + k^2) \right] \quad \text{(III-11)}$$

$$\frac{E_d}{E_{dt}} = 6 \left( 1 - \left( 1 - \frac{\delta^*}{\delta_t} \right)^{5/2} \right) - 5 \left( 2 - \frac{\delta^*}{\delta_t} \right) \left( 1 - \left( 1 - \frac{\delta^*}{\delta_t} \right)^{3/2} \right) \quad \text{(III-12)}$$

Avec  $E_{dt}$  la valeur de l'énergie dissipée à la transition :

$$E_{dt} = \frac{4(\mu P)^2 K_1}{5a} \quad \text{(III-13)}$$

Cette énergie est aussi une fonction de  $Q^*$  et  $\delta^*$  :

$$E_{dt} = \frac{4}{5} \delta_t Q \quad \text{(III-14)}$$

On peut donc caractériser le cycle de fretting en glissement partiel au travers des trois grandeurs qui sont les amplitudes  $Q^*$  et  $\delta^*$  et l'énergie dissipée  $E_d$  mais aussi à travers la grandeur  $\delta_0$  qui est l'ouverture du cycle correspondant au déplacement rémanent observé lorsque l'effort tangentiel est nul ( $|\delta_{(Q=0)}| = \delta_0$ ) (fig. III-4).

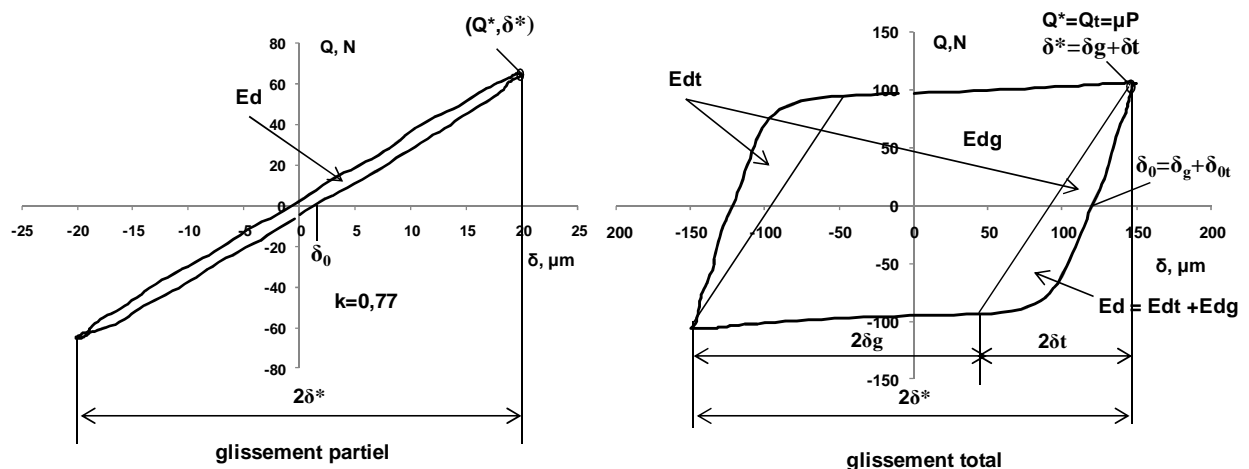


Fig. III-4 : Cycle de fretting en glissement partiel et glissement total

### III.1.2.2. Sollicitation en glissement total

A une force normale donnée et pour un coefficient de frottement constant, on peut décrire le cycle de fretting en glissement total en considérant le formalisme de Mindlin [5]. L'effort tangentiel augmente de la même façon que dans le cas du glissement partiel. Puisque

l'amplitude de débattement ou de l'effort tangentiel atteint la condition de transition  $Q^*=\mu P$  et  $\delta^*\geq\delta_t$ , on introduit dans le cycle de fretting une composante de glissement pur  $\delta_g$  (Fig. III-4).

On exprime alors l'amplitude de débattement comme suit [22]:

$$\delta^*=\delta_t+\delta_g \quad (\text{III-15})$$

où  $\delta_g$  est l'amplitude de la composante de glissement pur.

L'énergie dissipée  $E_d$  est alors la somme des composantes de l'énergie dissipée à la transition  $E_{dt}$  et de l'énergie dissipée durant la phase de glissement pur  $E_{dg}$ :

$$E_d=E_{dt}+E_{dg} \quad (\text{III-16})$$

Où la composante de l'énergie dissipée  $E_{dg}$  est exprimée par la relation :

$$E_{dg}=4\delta_g Q_g \quad (\text{III-17})$$

Où  $Q_g$  est l'amplitude de l'effort tangentiel durant la phase de glissement.

Pour un coefficient de frottement constant dans le domaine de glissement total on obtient :  $Q_g=Q_t$  et donc:

$$E_{dg}=4\delta_g Q_t \quad (\text{III-18})$$

## III.2. DÉFINITION DE LA TRANSITION DE GLISSEMENT

### III.2.1. Méthode de débattements variables

Comme nous avons montré auparavant (cf. Chapitre I, § 1.4), la condition de glissement peut être déduite par simple observation de l'allure du cycle de fretting  $Q(t)-\delta(t)$ . Cette analyse présente un certain nombre d'inconvénients. En particulier, il s'agit d'une description qualitative dépendante de l'observateur. Proche de la transition, la partie glissante du cycle en glissement total est très petite, le cycle présente une forme quasi elliptique. Donc un cycle pourra être jugé en glissement partiel ou en glissement total. Enfin, un des inconvénients majeurs de cette méthode est que ne pouvant être quantifiée, elle implique un travail long et fastidieux. Ainsi, pour quantifier, mesurer et analyser la condition de glissement pendant l'essai. Une des solutions utilisée, appelée méthode du débattement

variable, consiste à ajuster progressivement l'amplitude de débattement et à enregistrer les cycles  $Q(t)-\delta(t)$  correspondant pour différents effort normaux. L'augmentation de l'amplitude de débattement se fait par paliers avec stabilisation du cycle (méthode des débattements variables [119] ou en continu [120]). Ainsi, il suffit d'un seul essai pour définir l'amplitude de transition  $\delta_t$  associée au niveau de l'effort normal choisi. Le principe de la méthode des débattements variables est illustré dans la Figure III-5. Ici, l'évolution de rapport  $Q^*/Q_t$  et  $\delta^*/\delta_t$  en fonction de nombres des cycles donne le point d'intersection à  $\delta^*/\delta_t=1$ , correspondant à la transition de glissement ( $\delta_t, Q_t$ ).

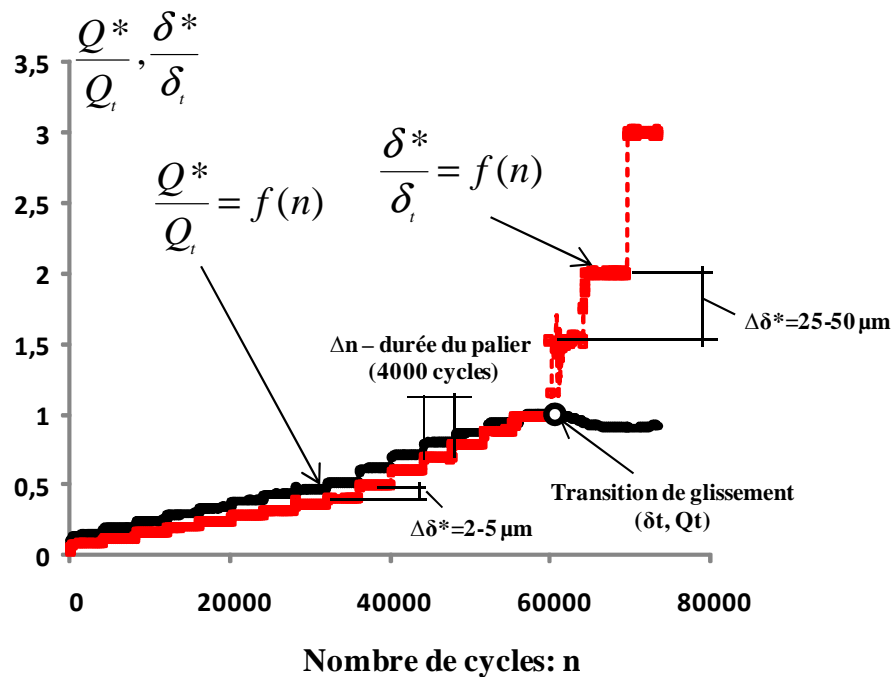


Fig. III-5: Exemple de la méthode des débattements variables appliquée au cas d'un contact sphère-plan (100Cr6-RTM6)( $T=25^\circ\text{C}$ ,  $P=200\text{N}$ ).

Dans notre étude, pour les couples '100Cr6/ matériaux choisis' l'évolution de l'amplitude de débattement au cours de l'essai s'effectue par une augmentation de l'amplitude par paliers progressifs après un nombre de cycles donné ( $\Delta n = 4000$ ) de manière à avoir un coefficient de frottement stabilisé à chaque palier (fig. III-5). Au début de l'essai, la valeur de l'incrément  $\Delta\delta^*$  varie de  $\pm 2$  à  $\pm 5 \mu\text{m}$  tandis que pour les grandes amplitudes de débattement une fois le contact stabilisé en glissement total, l'incrément d'amplitude varie de  $\pm 25$  à  $\pm 50 \mu\text{m}$ . La méthode des débattements variables a été appliquée dans la gamme des efforts normaux [30-350N] et de températures [20°C- 240°C].

### III.2.2. Critère d'énergie A

Un autre critère permettant de déterminer la transition de glissement, est le critère d'énergie A défini par la relation suivante [121]:

$$A = \frac{E_d}{E_t} = \frac{W_d}{4 \cdot Q^* \cdot \delta^*} \quad (\text{III-19})$$

- En glissement partiel ( $\delta^* < \delta_t$ ), on peut exprimer ce rapport en fonction de l'amplitude par :

$$A = \frac{1}{5} \frac{\delta_t / \delta^*}{1 - (\delta^* / \delta_t)^{3/2}} \left( 6 \left( 1 - (\delta^* / \delta_t)^{5/2} \right) - 5 \left( 2 - \delta^* / \delta_t \right) \left( 1 - (\delta^* / \delta_t)^{3/2} \right) \right) \quad (\text{III-20})$$

- En glissement total ( $\delta^* > \delta_t$ ):

$$A = 1 - \frac{4}{5} \cdot \frac{\delta_t}{\delta^*} \quad (\text{III-21})$$

Comme montré précédemment (cf. Chapitre I, § 1.5), Fouvry et al. [121] ; [22], ont pu déterminer une constante indépendante du contact et des matériaux (critère vérifié sur les matériaux métalliques):

$$A_t = \frac{1}{5} = 0,2 \quad (\text{III-22})$$

Si  $A < A_t$  – on est dans le glissement partiel,

Si  $A > A_t$  – il s'agit d'un glissement total,

Si  $A = A_t$  – on est à la transition.

Dans notre étude, on a voulu savoir si ce critère est aussi valable dans le cas des polymères et composites. La figure III-6 montre un exemple d'évolution de rapport A et Q/P en fonction du débattement lors d'un essai de fretting pour un contact sphère/plan (100Cr6/RTM6). L'amplitude  $\delta^*$  est appliquée suivant la méthode du débattement variable (cf. § 2.1).

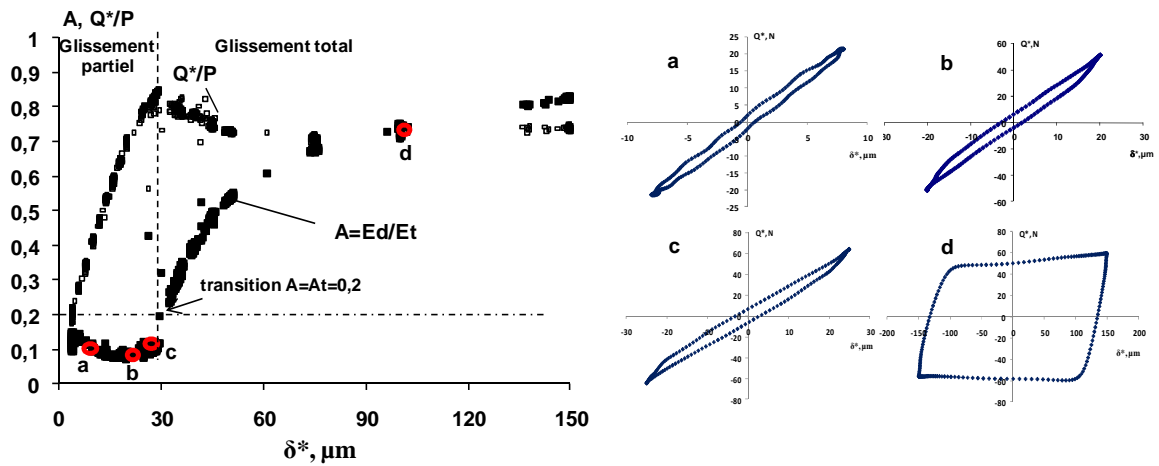


Fig. III-6 : Caractérisation de la condition de glissement par le paramètre  $A$  dans un contact sphère-plan (100Cr6/RTM6) ( $P=75N$ ,  $20^{\circ}C$ ). Les cycles  $Q$ - $\delta$  observés de part et d'autre de la transition ( $A = 0,2$ ) sont tracés et référencés.

On remarque que le critère  $A = A_t$  correspond à 0,2. Les cycles a, b et c de la figure III-6, pour lesquels la valeur de  $A < 0,2$ , présentent bien une forme elliptique et donc, correspondent au glissement partiel. En revanche, le cycle d pour lequel la valeur de  $A > 0,2$  est clairement en glissement total.

### III.3. CARTE DE SOLLICITATION LOCALE (CSL)

La méthode du débattement variable et le calcul du critère d'énergie  $A$  (cf. §2.1 et §2.2) nous permettent de tracer les cartes de sollicitations locales pour les deux résines RTM6 et BMI, ainsi que pour le composite HexTOOL<sup>TM</sup>, ceci pour différentes températures. La figure III-7 montre un exemple de bûches de fretting réalisées sur les résines RTM6 et BMI.

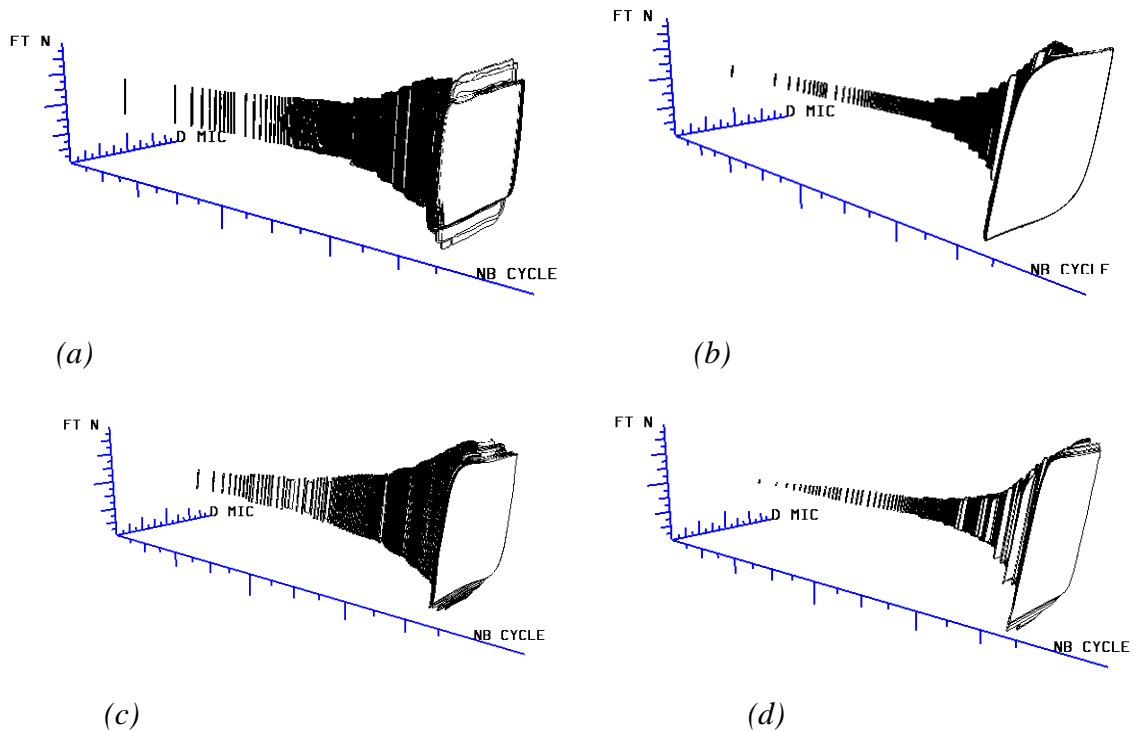
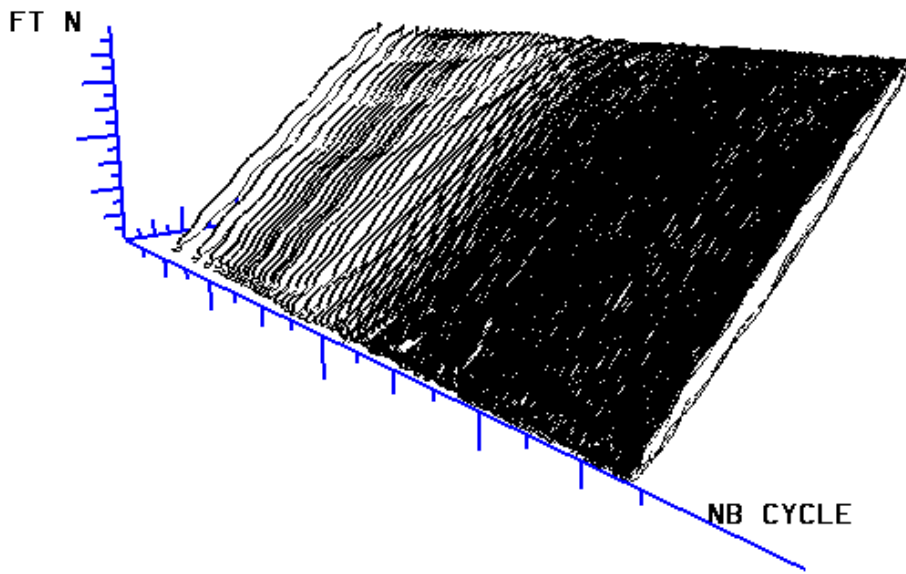


Fig. III-7 : Bûches de fretting obtenues par la méthode du débattement variable (cas des résines RTM6 (a)-(b) et BMI (c)-(d) à température ambiante): (a), (c)  $P=30N$  ;  
(b), (d)  $P=250N$

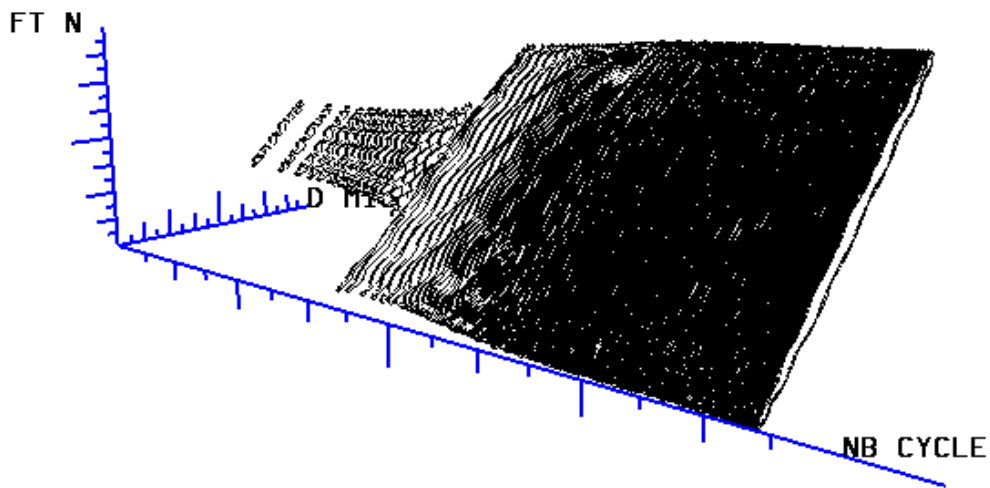
Les conditions de glissement des matériaux sont établies au moyen des cycles de fretting enregistrés pendant l'essai. La succession des cycles de fretting pendant l'essai constitue une bûche de fretting. Trois types de réponse au fretting ont été observés au moyen des bûches de fretting :

- Le régime de glissement partiel (fig. III-8),
- Le régime de glissement total (fig. III-9),
- Le régime de glissement mixte.





(a)



(b)

Fig. III-8 : Bûche de fretting en régime de glissement partiel ( $P=250N$ ,  $\delta^* = \pm 8 \mu m$ ,  $n = 80000$  cycles, température ambiante) : a) RTM6 ; b) BMI

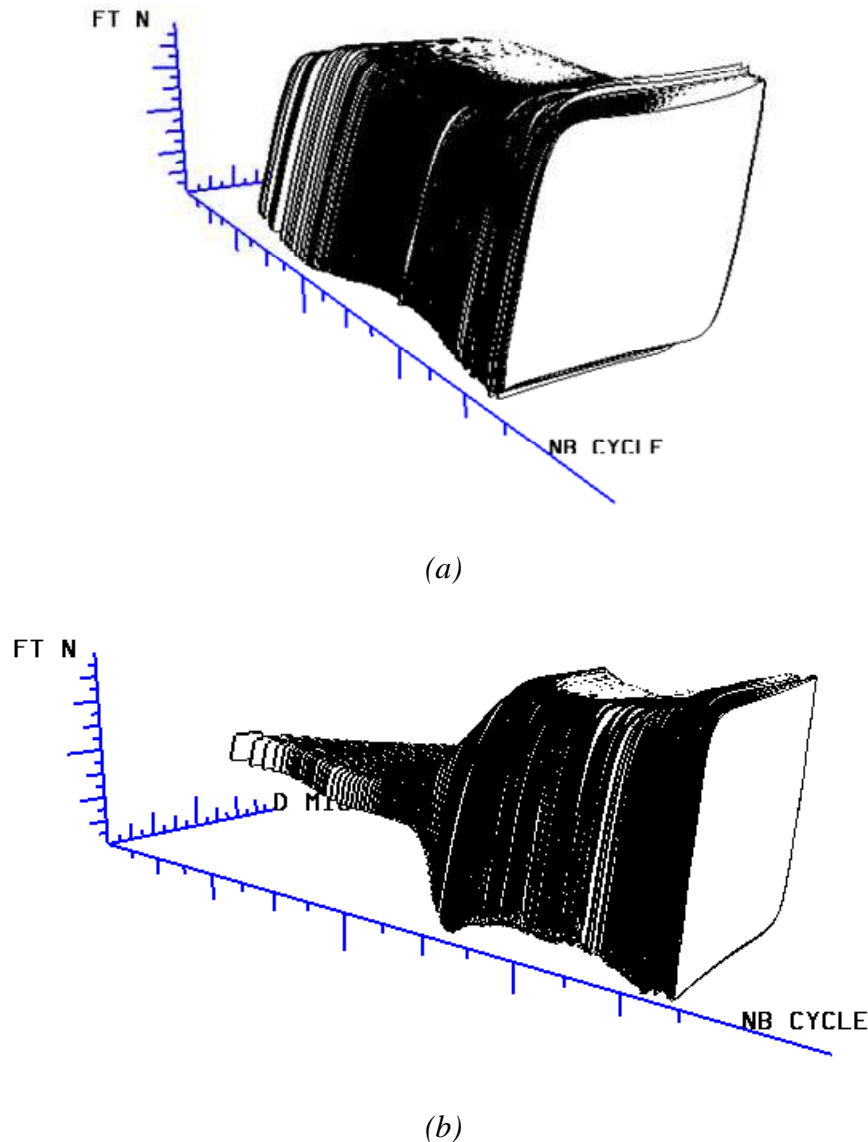


Fig. III-9: Bûche de fretting en régime de glissement total : (a) RTM6 :  $P=120N$ ,  $\delta^* = \pm 200\mu m$ ,  $n=80000$  cycles, température ambiante ; (b) BMI :  $P=120N$ ,  $\delta^* = \pm 150\mu m$ ,  $n=80000$  cycles, température ambiante

La figure III-10 montre la carte de sollicitation locale (CSL) réalisée à température ambiante des résines RTM6 et BMI. La frontière entre les régimes de glissement partiel et régime de glissement mixte (RGP-RGM) se superpose. En revanche, entre le régime de glissement mixte et le régime de glissement total (RGM-RGT), on observe un faible décalage de la frontière de la résine BMI vers les débattements les plus faibles. Ce résultat est expliqué par la valeur plus élevée du module réel de Young de la résine BMI par rapport à la résine RTM6. A noter que les valeurs des angles de perte des deux résines sont quasi similaires ( $\tan\delta_{RTM6}=0,02$ ,  $\tan\delta_{BMI}=0,017$ ).

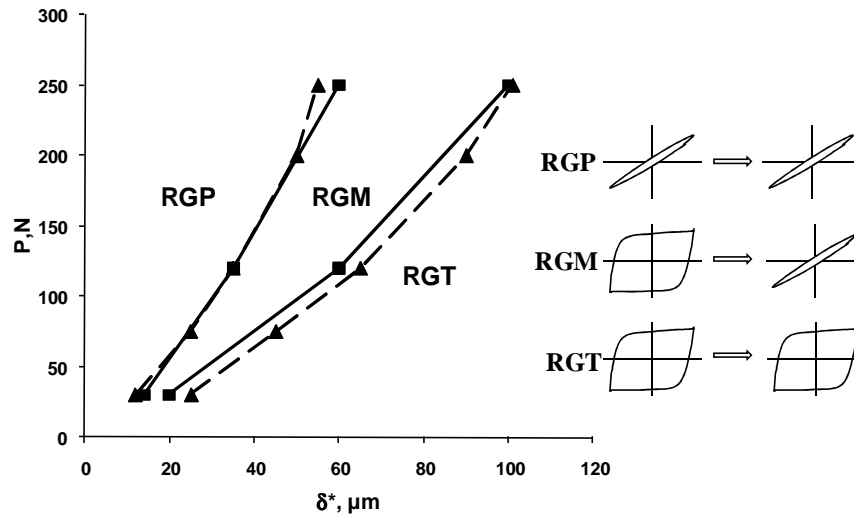


Fig. III-10: Carte de sollicitation locale à température ambiante pour les deux résines RTM6 et BMI (RGP – régime de glissement partiel, RGM – régime de glissement mixte, RGT – régime de glissement totale): RTM6 (----) et BMI résines (—)

La figure III-11 montre les régimes de glissement pour la résine BMI (Fig. III-11a) à 25 °C et 90°C ainsi que celle de la résine RTM6 à 25°C, 90°C et 215°C (Fig. III-11b). Dans les deux cas, la température a pour effet de décaler les limites des régimes de glissement (RGP-RGM et RGM-RGT) vers les amplitudes de débattement plus élevées. Ce décalage est plus marqué dans le cas de la résine RTM6 que dans le cas de la résine BMI. Ce résultat est expliqué par la diminution des modules réels et l'augmentation du facteur de perte des deux résines avec l'augmentation de la température.

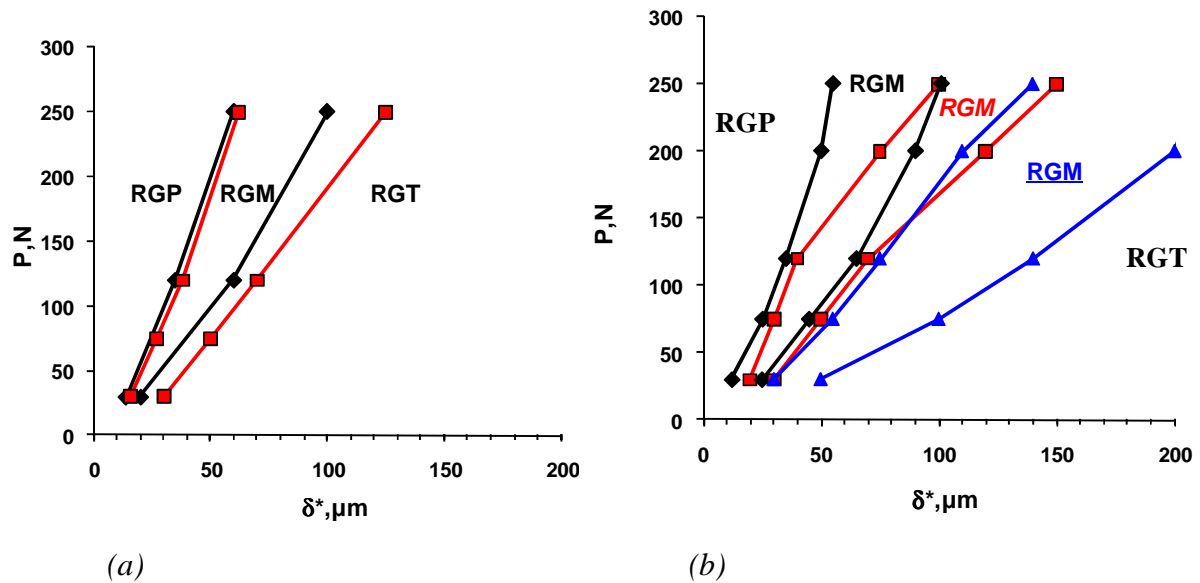
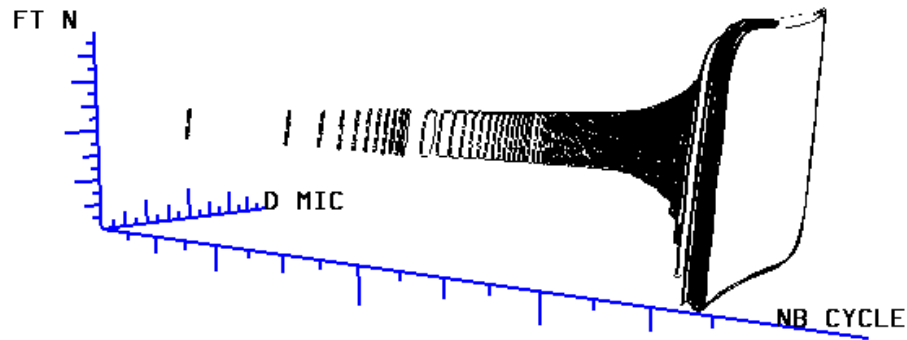
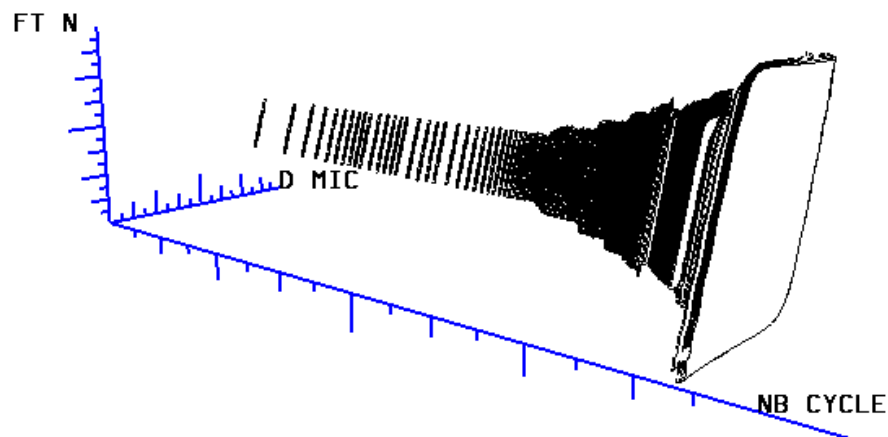


Fig. III-11: Carte de sollicitation locale pour les deux résines en fonction de la température:  $\blacklozenge$ - 25°C,  $\blacksquare$ - 90°C,  $\blacktriangle$  - 215°C : a) BMI : RGP – régime de glissement partiel, RGM – régime de glissement mixte, RGT – régime de glissement total ; b) RTM6 : RGP - régime de glissement partiel, RGM – régime de glissement mixte à 25°C, RGM– régime de glissement mixte à 90°C, RGM – régime de glissement mixte à 215°C, RGT – régime de glissement total

Pour le composite HexTOOL<sup>TM</sup>, les mêmes conditions de débattements appliquées précédemment sur les résines RTM6 et BMI sont utilisées pour tracer les bûches de fretting en fonction de la température. La figure III-12 montre un exemple de bûche de fretting réalisé à la température ambiante en utilisant la méthode du débattement variable.



(a)



(b)

Fig. III-12 : Bûche de fretting de composite HexTOOL<sup>TM</sup> lors d'une méthode de débattements variables réalisée à température ambiante : a)  $P=30N$ , b)  $P=350N$

La figure III-13 récapitule les cartes de sollicitation locale (CSL) pour le composite HexTOOL<sup>TM</sup> réalisées à différentes températures. A température ambiante, les frontières des régimes (RGP-RGM et RGM-RGT) du composite HexTOOL<sup>TM</sup> sont décalées vers des valeurs de débattement plus faibles par rapport à sa matrice BMI (cf. fig. III-10). Comme on l'a déjà expliqué précédemment, ce décalage est lié aux propriétés mécaniques des matériaux. Le module de Young du composite est beaucoup plus élevé que celui de sa matrice BMI. L'interface étant plus raide, la transition de glissement est obtenue pour des amplitudes de débattement plus faibles. En revanche, avec l'augmentation de la température ces limites de régimes ont tendance de se déplacer vers les hautes amplitudes de débattement.

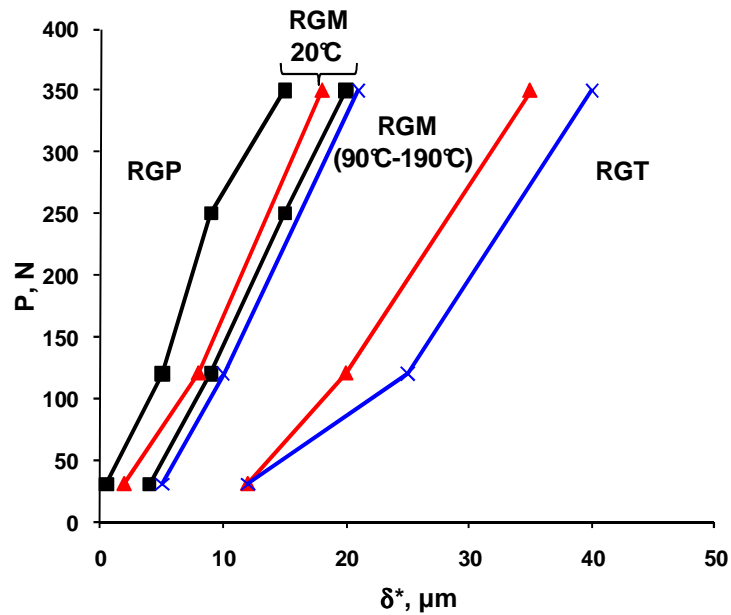


Fig. III-13: Carte de sollicitation locale pour le composite HexTOOL<sup>TM</sup> en fonction de la température: ■-  $20^\circ\text{C}$ , ▲-  $90^\circ\text{C}$  et x -  $190^\circ\text{C}$ ; RGP – régime de glissement partiel, RGM – régime de glissement mixte, RGT – régime de glissement total

Dans la suite de notre étude, le régime de glissement total sera utilisé afin d'analyser la réponse en usure des matériaux composites. La figure III-14 montre un exemple de bûche de fretting du composite à la température ambiante dans ce régime ( $P=120\text{N}$ ,  $\delta^* = \pm 50\mu\text{m}$ ,  $n=80000$  cycles).

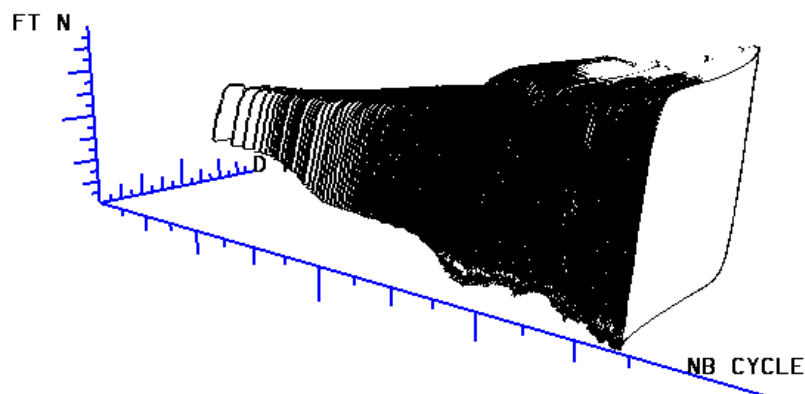


Fig. III-14: Bûche de fretting du composite en régime de glissement total ( $P=120\text{N}$ ,  $\delta^* = \pm 50\mu\text{m}$ ,  $n=80000$  cycles, température ambiante)

### III.4. ANALYSE TRIBOLOGIQUE DES RÉGIMES : ÉVOLUTION DU COEFFICIENT DE FROTTEMENT

#### III.4.1. Détermination du coefficient de frottement à la transition de glissement $\mu_t$

Le coefficient de frottement est un élément essentiel pour l'analyse du comportement des matériaux lors d'un essai tribologique. Il s'agit un indicateur important, pouvant être relié à la dégradation qui se produit lors d'un essai.

La nature de la condition de sollicitation locale est un élément majeur pour la détermination du coefficient de frottement. Selon le formalisme de Mindlin [5], l'amplitude de transition  $\delta_t$  entre le glissement partiel et le glissement total est proportionnelle au coefficient de frottement  $\mu_t$ :  $\delta_t \propto \mu_t$ . Ce dernier correspond à la valeur maximale du rapport  $Q^*/P$ . La figure III-15 montre un exemple de détermination de  $\mu_t$  pour différents chargement appliqués dans le cas de la résine RTM6. Pour les différents matériaux étudiés, les valeurs de  $\mu_t$  sont données dans l'annexe IV.

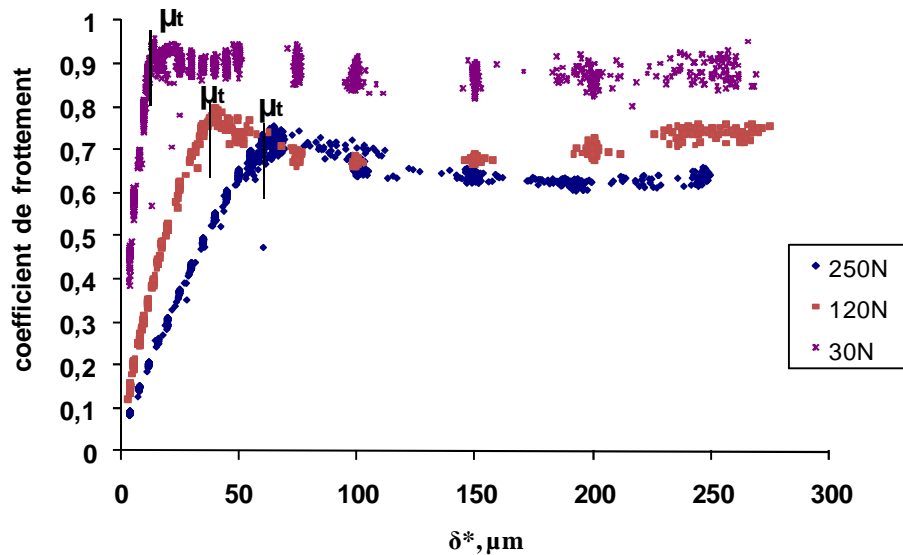


Fig. III-15 : Evolution du coefficient de frottement  $\mu$  en fonction de l'amplitude de débattement définie à l'aide de la méthode du débattement variable – définition du coefficient de frottement à la transition de glissement  $\mu_t$  pour différentes forces normales appliquées à température ambiante – cas d'un contact RTM6/100Cr6.

### III.4.1.1. Corrélation entre $\mu_t$ et $\delta_t$

Les cartes de sollicitation locale (CSL) des résines étudiées montrent que les frontières entre les différents régimes de glissement sont presque similaires à température ambiante (fig. III-10) (cf. chapitre IV, §4). Cela peut être expliqué par leurs coefficients de frottement à la transition de glissement  $\mu_t$  qui sont similaires (Table III-1). En revanche, on montre que la température a pour effet de décaler les frontières de régimes de glissement vers des amplitudes de débattement plus élevées (cf. chapitre III, fig. III-11). Cette évolution est cohérente avec l'augmentation de  $\mu_t$  (Table III-1). Ainsi, d'après le formalisme de Mindlin [5] la transition de glissement est proportionnelle au coefficient de frottement, mais inversement proportionnelle au module élastique:

$$\delta_t \propto \mu$$

et

$$\delta_t \propto 1/E' \quad (\text{III-23})$$

Les données présentées dans les tableaux III-1 et III-2 soulignent clairement que l'augmentation de la température conduit à la diminution de  $E'$  à l'augmentation de  $\mu_t$ . Suivant le formalisme de Mindlin [5], il est ainsi possible d'expliquer l'augmentation de l'amplitude de transition ( $\delta_t$ ) (c.-a. d. l'extension du domaine RGM).

Matériau	T, °C	$\mu_t$			$\delta_t$ ( $\pm \mu\text{m}$ )		
		30N	120N	250N	30N	120N	250N
BMI	20	1	0.83	0.76	14	35	60
	90	1.2	0.86	0.78	16	38	62
	190	-	1	-	-	50	-
RTM6	20	0.95	0.8	0.72	12	35	55
	90	1	0.84	0.73	20	40	100
	215	1.2	0.86	0.79	30	100	150

Tab. III-1 : Variation du coefficient de frottement à la transition ( $\mu_t$ ) et de l'amplitude de débattement ( $\delta_t$ ) à la transition RGP/RGM des résines BMI et RTM6 pour différentes températures



Matériaux	T°C	E' (10Hz), GPa	Tan δ (10Hz)
BMI	20	3,52	0,017
	90	2,95	0,024
	190	2,51	0,021
RTM6	20	2,25	0,02
	90	1,91	0,02
	215	0,6	0,379

Tab. III-2: Propriétés viscoélastiques des résines BMI et RTM6 pour différentes températures obtenues par DMA

Il est intéressant de mesurer comment la température influence l'évolution de E' et  $\mu_t$  et ainsi d'expliquer l'augmentation de l'amplitude de transition  $\delta_t$ . En considérant la résine BMI et en prenant comme référence la température T=20°C, nous pouvons exprimer les relations suivantes :

$$K_{E'(T)} = E'(T) / E'(20^\circ\text{C}) \tag{III-24}$$

$$K_{\mu_t(T)} = \mu_t(T) / \mu_t(20^\circ\text{C}) \tag{III-25}$$

$$K_{\delta_t(T)} = \delta_t(T) / \delta_t(20^\circ\text{C}) \tag{III-26}$$

En supposant la corrélation proportionnelle entre  $\delta_t$ , E' et  $\mu_t$ , la variation théorique de  $\delta_t$  peut être déduite par l'expression suivante:

$$K_{\delta_{t\_th}(T)} = K_{\mu_t(T)} / K_{E'(T)} \tag{III-27}$$

Afin de comparer la variation expérimentale de  $K_{\delta_t(T)}$  par rapport à sa valeur théorique  $K_{\delta_{t\_th}}$ , le paramètre suivant est introduit:

$$\Delta\%_{K_{\delta_t}} = (K_{\delta_{t\_th}} - K_{\delta_t}) / K_{\delta_t} \times 100 \tag{III-28}$$

La comparaison entre les valeurs de  $K_{\delta_t(T)}$ , et  $K_{\delta_{t\_th}(T)}$  (tableau III-3), confirme que l'augmentation de la température, en réduisant le module élastique, et en augmentant le coefficient de frottement  $\mu_t$ , peut expliquer l'augmentation de l'amplitude de la transition  $\delta_t$ . Toutefois, la différence entre la valeur théorique prédite  $K_{\delta_{t\_th}(T)}$  et la valeur obtenue expérimentalement est systématiquement de l'ordre de 25%. Ceci suggère que l'application du

formalisme élastique de Mindlin n'est pas suffisante pour expliquer la réponse globale de l'interface.

T°C	P(N)	$K_{E'(T)}$ (Eq. 6)	$K_{\mu_t(T)}$ (Eq. 7)	$K_{\delta_t(T)}$ (Eq. 8)	$K_{\delta_{t_{th}}(T)}$ (Eq. 9)	$\Delta\%_{K_{\delta_t}}$ (Eq. 10)
90	30	0,84	1,20	1,14	1,43	25,29
90	120	0,84	1,04	1,09	1,24	13,87
90	250	0,84	1,03	1,03	1,22	18,51
190	120	0,71	1,20	1,43	1,69	18,27

Tab. III-3 : Compilation des différents coefficients, exprimant la variation de  $E'$ ,  $\mu_t$  et  $\delta_t$  en fonction de la température (Température de référence = 20°C).

Vis-à-vis de l'endommagement,  $\mu_t$  apparaît comme un paramètre de premier ordre vis-à-vis de la caractérisation de l'amorçage et de la propagation des fissures.

### III.4.2. Détermination du coefficient de frottement stabilisé $\mu_{stab}$ dans le régime de glissement total (RGT)

Le régime de glissement total caractérise l'usure des matériaux. Dans ce régime de glissement l'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles suit quatre étapes (fig. III-16):

- I – Elimination des écrans superficiels sur la zone de contact ;
- II – Contact à deux corps ;
- III – Passage du contact de deux corps à un contact trois corps ;
- IV- Evolution du lit de poudre.

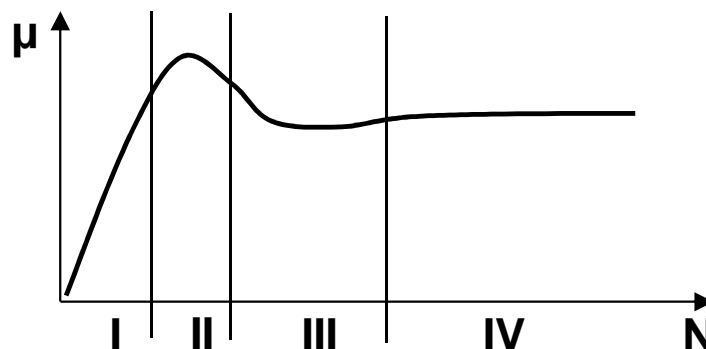


Fig. III- 16: Schéma de l'évolution du coefficient de frottement en régime de glissement total

La valeur du coefficient de frottement stabilisé  $\mu_{stab}$  correspond à la stabilisation du coefficient de frottement au palier de l'étape IV. La figure III-17 montre un exemple de détermination du coefficient de frottement stabilisé  $\mu_{stab}$  dans le cas de la résine RTM6 pour différentes charges normales et un débattement constant :  $\delta^* = \pm 100 \mu m$ . Quelle que soit la charge appliquée, le coefficient de frottement augmente progressivement jusqu'à une valeur maximale puis se stabilise après un certain nombre de cycles.

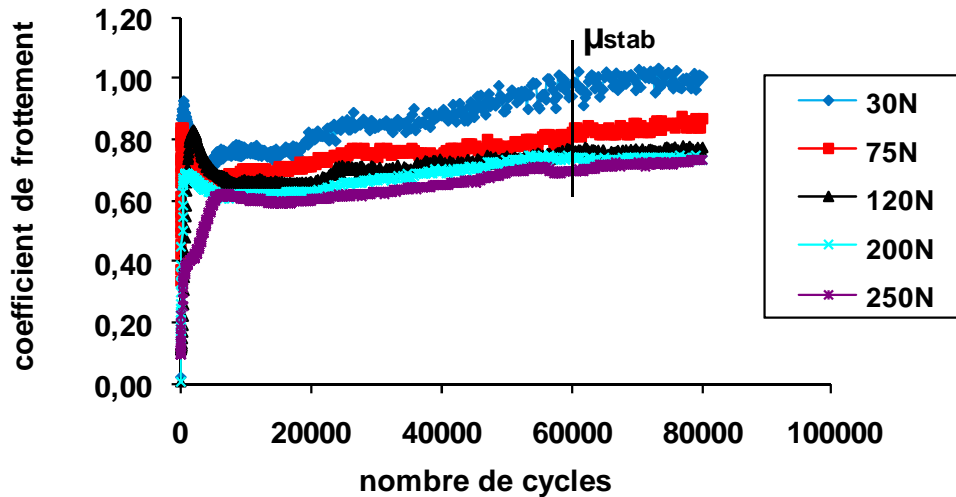


Fig. III-17 : Détermination du coefficient de frottement stabilisé dans le régime de glissement total pour différents chargement appliqués à la température ambiante (cas de la résine RTM6,  $\delta^* = \pm 100 \mu m$ )

Cette variation du coefficient de frottement correspond à la période de formation de la trace d'usure dont la forme se stabilise après un certain nombre de cycles. Le coefficient de frottement stabilisé  $\mu_{stab}$  correspond alors à la valeur moyenne entre 60000 et 80000 cycles. Pour les paramètres d'essai donnés, les coefficients de frottement stabilisés obtenus pour les différents matériaux sont regroupés en annexe IV.

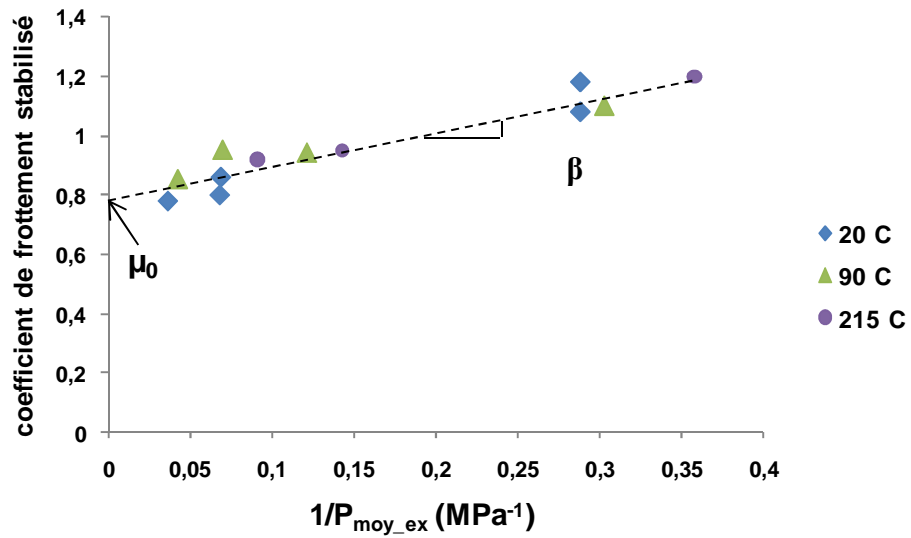
Il est possible d'exprimer l'évolution du coefficient de frottement stabilisé  $\mu_{stab}$  en fonction de la pression par la loi de Briscoe décrite par la relation suivante [122]:

$$\mu_{stab} = \frac{\beta}{P_{moy}} + \mu_0 \quad (\text{III-29})$$

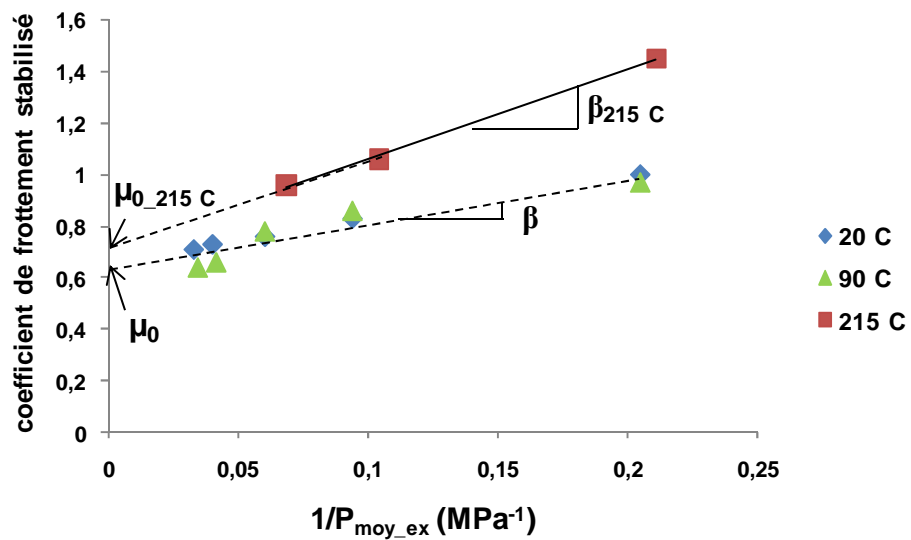
où  $\mu_0$  – le coefficient de frottement extrapolé lorsque  $1/P_{\text{moy}} \rightarrow 0$  ;  $P_{\text{moy}}$  – la pression moyenne du contact, MPa ;  $\beta$  – le coefficient de dépendance du coefficient de frottement vis-à-vis de la pression.

Cette relation met en évidence l'effet de la pression moyenne sur l'évolution du coefficient de frottement stabilisé. La figure III-18 montre l'évolution du coefficient de frottement stabilisé  $\mu_{\text{stab}}$  en fonction de l'inverse de la pression moyenne appliquée pour les résines BMI (fig. III-18a) et RTM6 (fig. III-18b) aux températures 20°C, 90°C et 215°C. La pente de ces courbes donne la valeur du coefficient  $\beta$  alors que l'intersection avec l'axe  $\mu_{\text{stab}}$  donne accès à la valeur extrapolée  $\mu_0$ . Les paramètres de la loi sont résumés dans le tableau III-4.

Dans le cas de la résine BMI, l'évolution du coefficient de frottement stabilisé  $\mu_{\text{stab}}$  en fonction de l'inverse de la pression moyenne, pour différentes températures, montre une évolution linéaire, très bien représentée par la loi de Briscoe. L'ensemble des données sont regroupées suivant une même droite ce qui semble indiquer une non influence de la température vis-à-vis de la loi de frottement. Contrairement à la résine BMI, la loi de frottement de la résine RTM6 est plus sensible à la température, notamment à 215°C où la pente  $\beta$  ainsi que  $\mu_0$  augmentent de façon significative. En revanche, à 20°C et 90°C on observe une même loi de frottement. La différence de comportement entre les deux résines peut être expliquée par la faible valeur de la pente du module de conservation  $E'$  de la résine BMI dans le domaine vitreux par rapport à la résine RTM6. Ainsi, la réponse visqueuse  $\tan \delta$  de la résine RTM6 est plus importante à 215°C que pour la résine BMI (cf. fig. II- 15).



a)



b)

Fig. III-18 : Identification de la loi de frottement du contact sphère/plan pour différentes températures : a) contact 100Cr6/ BMI ( $\delta_{20^\circ\text{C}^*} = \pm 150\mu\text{m}$ ,  $\delta_{90^\circ\text{C}-215^\circ\text{C}^*} = \pm 200\mu\text{m}$ ) ;  
 b) contact 100Cr6/RTM6 ( $\delta_{20^\circ\text{C}^*} = \pm 100\mu\text{m}$ ,  $\delta_{90^\circ\text{C}-215^\circ\text{C}^*} = \pm 200\mu\text{m}$ )

Matériau	T, °C	$\mu_0$	$\beta$ , MPa		
			P=30N	P=120N	P=250N
BMI	20	0,79	4	16	31
	90				
	215				
RTM6	20	0,64	8,5	29	52
	90	0,64	8,5	29	52
	215	0,7	17	51	-

Tab. III-4 : Paramètres de loi de frottement des résines étudiées en régime de glissement total stabilisé pour les différentes températures

Les figures III-19 et III-20 comparent les lois de frottement des deux résines étudiées pour les mêmes conditions d'essais et de températures. On constate qu'à température ambiante les résines BMI et RTM6 suivent la même loi de frottement (fig. III-19), alors que pour les températures plus élevées (90°C et 215°C) la résine RTM6 montre un comportement beaucoup plus dépendant de la température (le coefficient  $\beta$  est plus important que celui de la résine BMI).

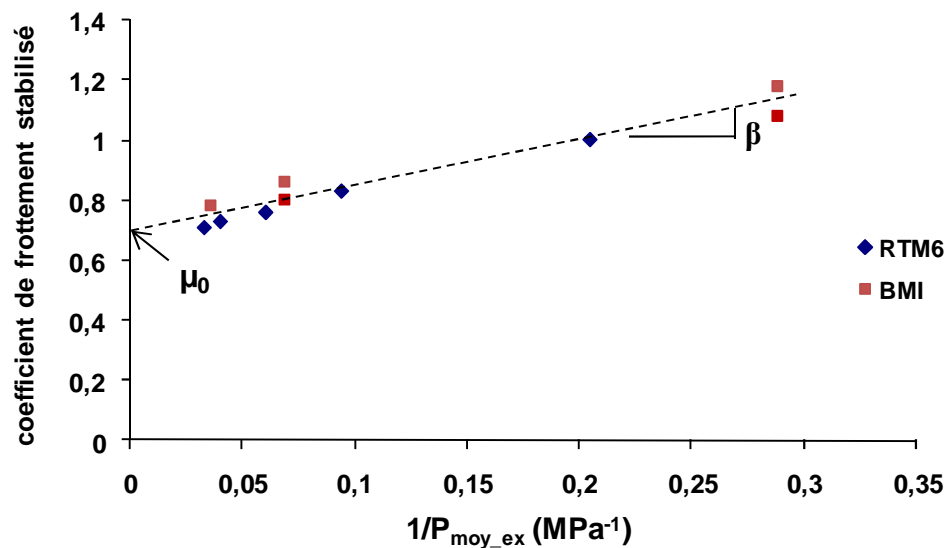
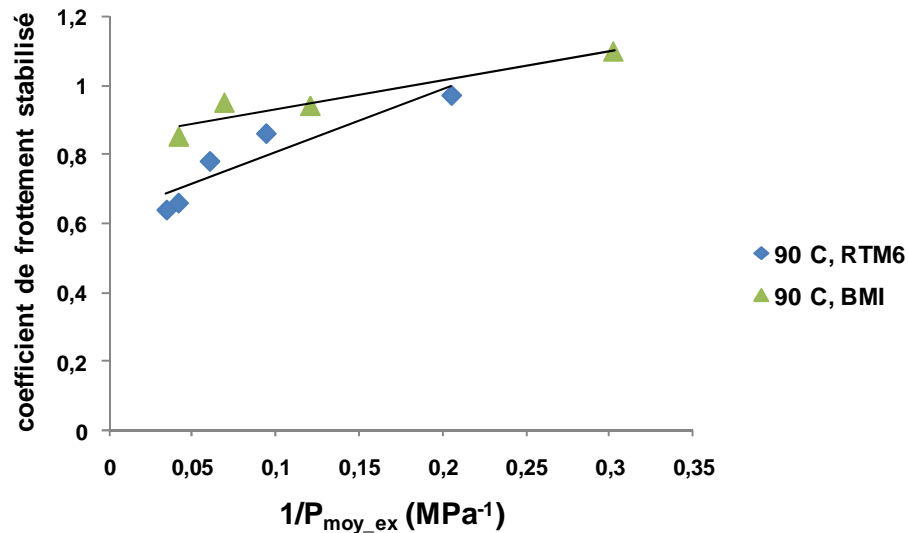
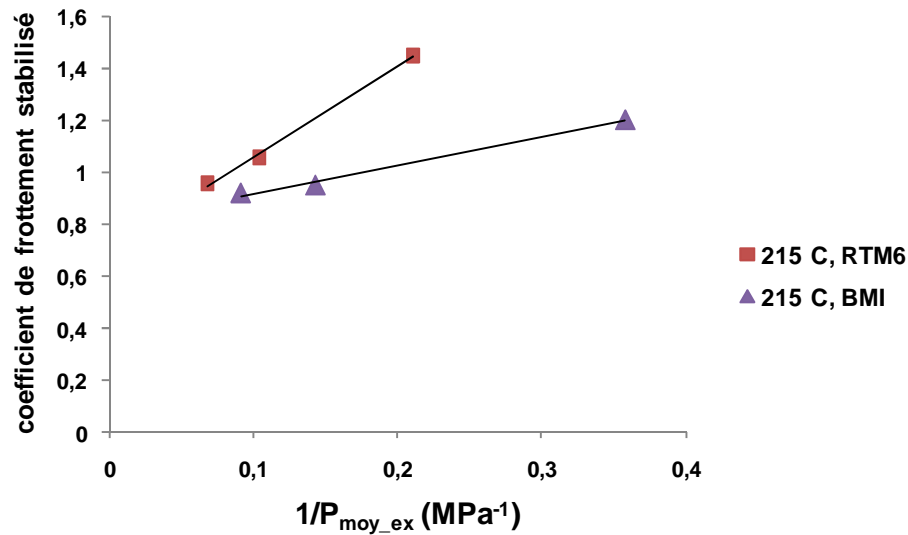


Fig. III-19 : Comparaison de loi de frottement du contact sphère/plan 100Cr6/ BMI et 100Cr6/RTM6 à température ambiante



a)



b)

Fig. III-20 : Comparaison de loi de frottement du contact sphère/plan 100Cr6/ BMI et 100Cr6/RTM6 en fonction de deux températures ( $\delta^* = \pm 200 \mu\text{m}$ ): a) 90°C, b) 215°C

### III.5. CONCLUSION

Dans ce chapitre, on a étudié deux conditions de glissement : le glissement partiel et le glissement total. On a défini théoriquement la transition de glissement à partir du critère énergétique A, en appliquant l'analyse de la méthode du débattement variable. La transition de glissement nous a permis de définir les frontières entre les régimes de glissement au niveau des cartes de sollicitations locales. L'influence de la température sur les cartes de

sollicitations locales a été quantifiée et expliquée. En augmentant la température, la transition de glissement a tendance à se déplacer vers plus hautes amplitudes de débattement. Enfin, deux coefficients de frottement ont ainsi pu être analysés :  $\mu_t$ , définissant la transition entre le glissement partiel et le glissement total, et  $\mu_{stab}$ , définissant le régime de glissement total. La loi de frottement  $\mu_{stab}$  des résines étudiées dans le régime de glissement total présente une dépendance vis-à-vis de la pression moyenne du contact qui peut être formalisée à partir du modèle de Briscoe.



## CHAPITRE IV

# MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT DE LA MATRICE BMI

*Les résines bismaléimides sont largement utilisées comme matrices pour les matériaux composites de hautes performances. Ces composites à matrice organique sont principalement utilisés pour des applications spécifiques (secteur aéronautique) [123], [86]. Cependant, elles sont considérées comme des matériaux potentiels pour la fabrication des outils utilisés pour le moulage des pièces aéronautiques. Ces matrices sont souvent exposées à des conditions sévères, telles que, une large gamme de températures et de vibrations.*

*Dans ce chapitre les mécanismes d'endommagement induits par l'action de la sollicitation du fretting pour différentes températures seront étudiés à partir d'une approche « Carte de Fretting ».*

---

**SOMMAIRE**


---

<b>CHAPITRE IV : MECANISMES D'ENDOMMAGEMENT DE LA MATRICE BMI</b> .....	120
<i>IV.1. ETUDE DE LA FISSURATION</i> .....	121
<i>IV.1.1. Description des fissures</i> .....	121
<i>IV.1.2. Analyse dynamique de l'activation de fissure</i> .....	125
<i>IV.1.3. Analyse mécanique du processus de fissuration</i> .....	127
<i>IV.1.4. Analyse de la propagation des fissures sous sollicitations de fretting: Influence de la température sur la condition d'arrêt des fissurations</i> .....	129
<i>IV.1.5. Analyse de l'amorçage de fissure: Influence de la température</i> .....	131
<i>IV.1.6. Synthèse</i> .....	135
<i>IV.2. ETUDE DE L'USURE</i> .....	136
<i>IV.2.1. Analyse des traces d'usure</i> .....	136
<i>IV.2.2. Approche énergétique de l'usure pour les résines BMI et RTM6</i> .....	137
<i>IV.2.3. Mécanisme de formation du troisième corps</i> .....	148
<i>IV.2.4. Synthèse</i> .....	151
<i>IV.3. CONCLUSION</i> .....	151

---

## IV.1. ETUDE DE LA FISSURATION

La fissuration de la résine bismaléimide induite par les sollicitations de fretting est étudiée, en utilisant une charge normale de 120N ( $P_{max}$  Hertz= 88.5 MPa) et en variant les amplitudes de débattement afin d'évaluer comment les régimes de glissement peuvent influencer le processus de fissuration. Ces conditions sont reproduites pour 20, 90 et 190 °C afin d'étudier l'effet de la température [124].

### IV.1.1. Description des fissures

L'analyse quantitative des fissures est basée sur la mesure de la longueur maximale (l) des fissures primaires observée en surface (fig. IV-1). Ces fissures s'initient au bord du contact perpendiculairement à l'axe de glissement, et se propagent avec un angle  $\alpha$  ( $\alpha < 15^\circ$ ) par rapport à la normale du plan (figure IV-1). La plupart des analyses de fissuration considère généralement la longueur de la fissuration en sous-couche (b). La détermination de cette dernière variable exige de long et fastidieux travail d'observation des coupes sur la tranche. En revanche, la longueur de la fissure de surface peut être directement obtenue à partir d'observations optiques ou au MEB (fig. IV-1).

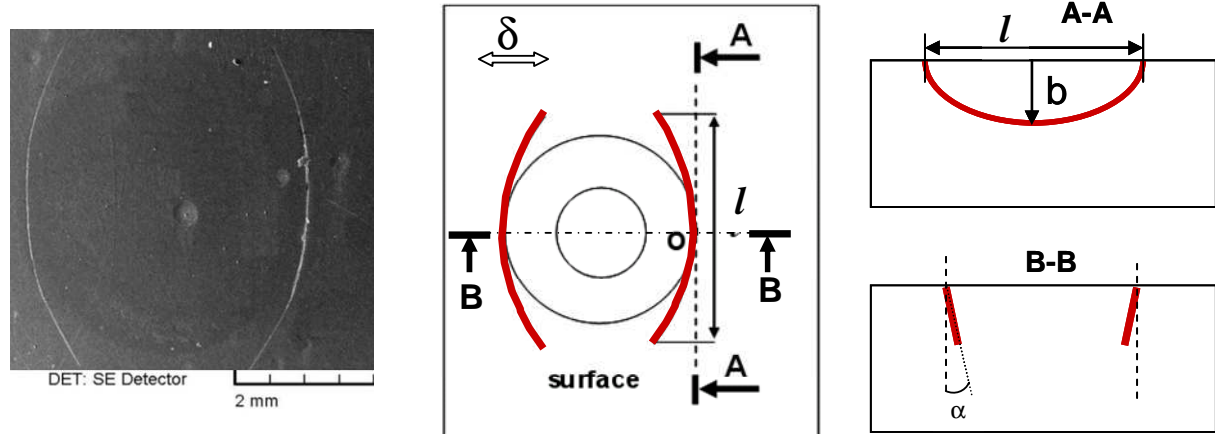


Fig. IV-1 : Schéma de la longueur maximale ( $l$ ) de la fissure observée sur la surface et en sous-couche (profondeur)  $b$

Cependant, pour établir un lien entre ces deux variables ( $l$  et  $b$ ) et ainsi permettre d'estimer la morphologie de la fissure en sous-couche, certaines coupes suivant l'axe médian ont été effectuées (tableau IV-1). L'angle de la fissure en sous-couche ( $b$ ) est presque perpendiculaire à la normale du plan (fig. IV-2a). Par ailleurs, la figure IV-2b montre une évolution quasi linéaire entre la longueur apparente maximale de la fissure primaire ( $l$ ) et la longueur de la fissure observée en sous couche ( $b$ ). Cette proportionnalité implique que la morphologie tridimensionnelle (3D) de la fissure à une forme quasi elliptique constante (au moins pour les longueurs de fissuration étudiée). En considérant cette hypothèse, la longueur de la fissure en sous-couche ( $b$ ) peut être déduite à partir de la longueur de la fissure apparente de surface ( $l$ ) en utilisant la relation suivante:

$$b = H.l \quad (\text{IV-1})$$

Où  $H$  est une constante et  $H = 0.0814$

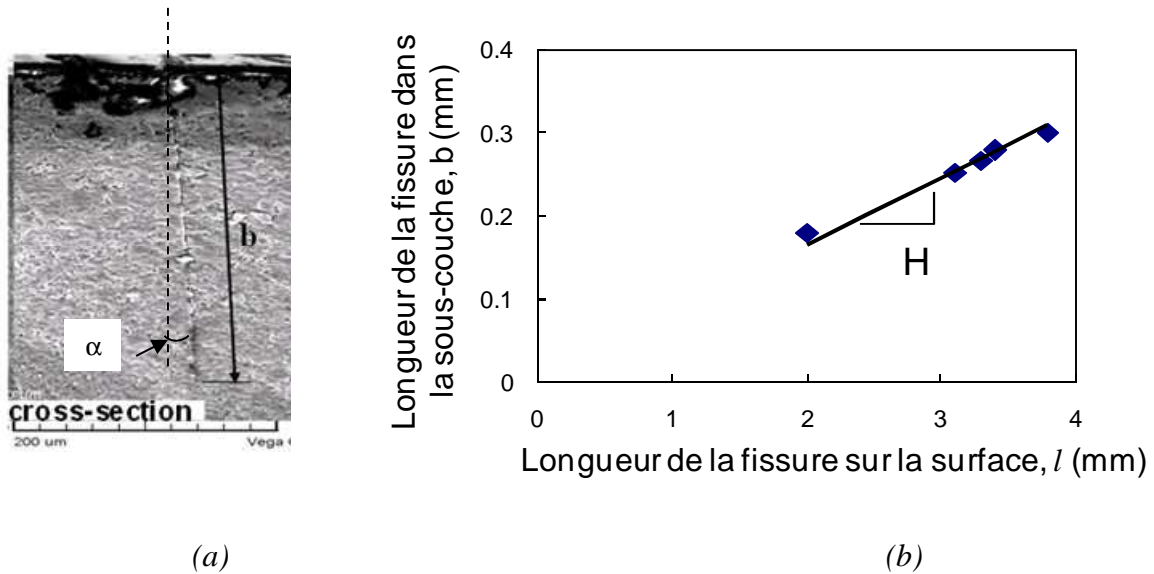


Fig. IV-2 : a) Observation post-mortem au MEB de la fissure en profondeur (b) ; b) Evolution de la longueur apparente de la fissure de surface (l) en fonction de la longueur de la fissure en sous couche (b)

$\delta^*(+/-\mu\text{m})$	P(N)	Q(N)	N (cycles)	(°C)	a (mm)	c (mm)	c/a	l (mm)	b (mm)	$\alpha$ (°)
30	120	94	80000	20	0,8	0,7	0,88	2	0,18	6
30	120	96	10000	90	0,8	0,7	0,88	3,1	0,253	6
30	120	96	80000	90	0,8	0,7	0,88	3,4	0,28	5
30	120	84	7000	190	0,9	0,83	0,92	3,3	0,265	3
30	120	81	80000	190	0,9	0,8	0,89	3,8	0,3	3

Table IV-1: Comportement de la fissuration dans le contact BMI/100Cr6 sous conditions de glissement partiel stabilisées

Les observations par MEB montrent que quel que soit le régime de glissement et la température appliquée, l'endommagement dans les polymères est associé toujours à l'initiation et à la propagation des deux types de fissure, généralement situées symétriquement sur les bords du contact (fig. IV-3a).

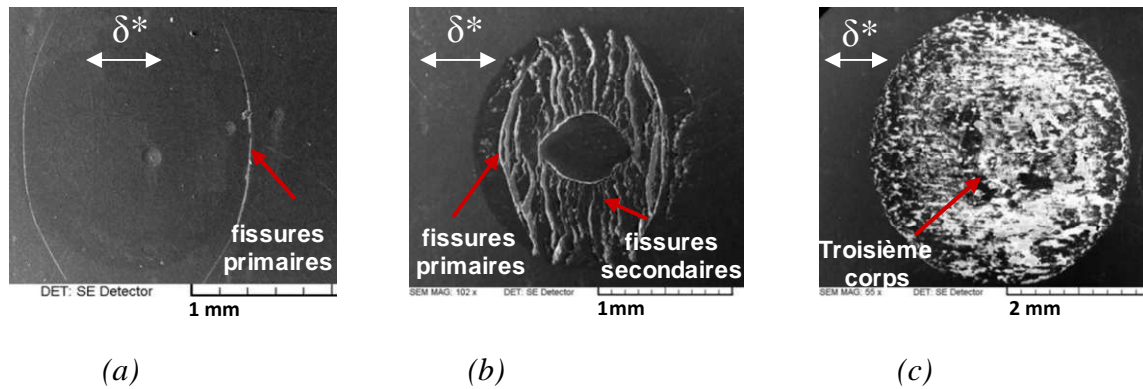


Fig. IV-3 : Observation au MEB de l'initiation et de la propagation des fissures : a) Propagation des fissures primaires au bord du contact ( $20^{\circ}\text{C}$ ,  $\delta^* = \pm 30 \mu\text{m}$ ,  $10^4$  cycles) ; b) Propagation des fissures secondaires sous le régime de glissement partiel ( $20^{\circ}\text{C}$ ,  $\delta^* = \pm 30 \mu\text{m}$ ,  $2 \cdot 10^5$  cycles) ; c) fissures secondaires remplis par le troisième corps sous le régime de glissement total ( $20^{\circ}\text{C}$ ,  $\delta^* = \pm 100 \mu\text{m}$ ,  $2 \cdot 10^5$  cycles). La flèche indique la direction de la fissure (a-b) et la présence du troisième corps (c). Double flèche indique la direction de glissement

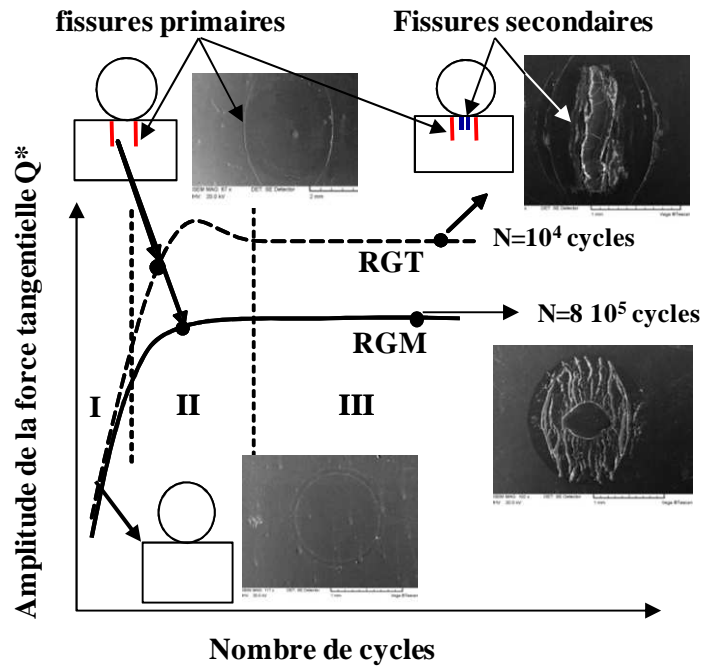
Les fissures apparentes en surface, appelées «fissures primaires», se propagent de manière progressive, en surface et en volume d'une manière symétrique de part et d'autre des bords du contact. Elles sont observées quelle que soit la condition de glissement dès que l'amplitude de la force tangentielle appliquée est suffisamment élevée. En plus de ces fissures, s'ajoutent des fissures de taille micrométriques dites « secondaires ». Leur comportement (initiation et propagation) ainsi que leur localisation dépendent en revanche du régime de glissement. En régime de glissement partiel, elles sont exclusivement localisées dans la zone de glissement (fig. IV-3b), tandis qu'en régime de glissement total, elles sont réparties sur toute l'interface. Ces microfissures sont généralement très courtes, inférieures à 5 micromètres, et orientées d'un angle de  $45^{\circ}$  par rapport au plan de la surface. L'activation de ces multiples microfissures dans la zone de glissement favorise le détachement des particules et la formation d'un lit de débris (troisième corps) (fig. IV-3c). Comme ces microfissures secondaires sont très courtes, elles ne sont donc pas considérées comme dangereuses pour l'intégrité de la structure. Dans la suite de nos travaux, l'analyse de la fissuration sera conduite exclusivement sur les fissures primaires.

### IV.1.2. Analyse dynamique de l'activation de fissure

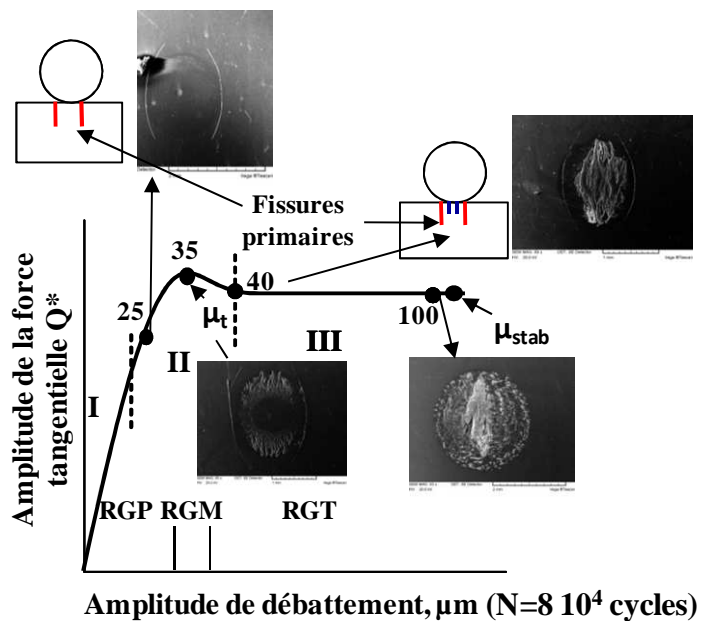
L'endommagement du contact dépend des contraintes imposées au niveau du contact ainsi que de la façon dont le contact a été sollicité. Plusieurs tests ont été réalisés sous différents régimes de glissement (RGP, RGM et RGT) et différentes durées de sollicitation. La figure IV-3 synthétise les différentes tendances obtenues. Comme le processus de fissuration est très influencé par le cisaillement cyclique de l'interface, l'analyse de l'évolution de l'amplitude de force tangentielle a été étudiée.

La figure IV-4a illustre l'évolution de la force tangentielle  $Q^*$  en fonction du nombre de cycles pour deux amplitudes de débattement constantes dans les cas du régime de glissement total (RGT) et du régime de glissement mixte (RGM) qui a tendance de se stabiliser en glissement partiel. Ces différentes évolutions sont directement liées aux fluctuations du coefficient de frottement induites par l'endommagement généré dans l'interface lors des séquences de glissement total. En ce qui concerne le RGT, le coefficient de frottement augmente d'une valeur minimale  $\mu = 0,3$  pour atteindre une valeur maximale  $\mu = 0,83$  en moins de 2000 cycles, puis il décroît vers une valeur stabilisée autour de 0,8 suite de la formation d'une couche accommodante (troisième corps). L'évolution du régime de glissement mixte (RGM) affiche une évolution similaire au début. Cependant, dès que le coefficient de frottement atteint une valeur seuil à partir de laquelle le contact tend vers le glissement partiel, on observe une transition du contact vers une condition de glissement partiel et la force tangentielle se stabilise. Il est nécessaire de mentionner qu'une fois le contact en glissement partiel, le ratio  $Q^*/P$  n'est plus égal au coefficient de frottement, parce qu'une partie des contraintes de cisaillement est contrôlée par l'accommodation élastique dans la zone collée.

Comme prévu, le processus d'endommagement est directement lié à l'amplitude du contact ainsi qu'à la pression du contact (c'est-à-dire à l'accumulation de l'endommagement). Au début de l'essai, le contact étant soumis à des faibles amplitudes de la force tangentielle, aucun endommagement n'a été observé (zone I). Plus l'amplitude de la force tangentielle est élevée, plus la longueur des fissures primaires est importante (zone II).



(a)



(b)

Fig. IV-4 : Illustration de l'évolution de l'amplitude de la force tangentielle (sous sollicitation de fretting) en fonction des conditions de chargement (à température ambiante): a) Evolution de l'amplitude de la force tangentielle en fonction du nombre de cycle sous les régimes de glissement mixte et total; b) Evolution de l'amplitude de la force tangentielle en fonction de l'amplitude de débattements pour un cycle donnée correspondant à un régime stabilisé.

L'amorçage des fissures secondaires est principalement contrôlé par les conditions de glissement stabilisées. En effet, pour les conditions de glissement partiel stabilisées, les fissures secondaires (zone III) se propagent dans la zone du glissement au niveau du contact, tandis que pour les conditions de glissement total, les fissures secondaires se propagent au niveau de toute la zone du contact.

La figure IV-4b montre l'évolution de l'amplitude de la force tangentielle stabilisée (après  $N = 50000$  cycles) en fonction de l'amplitude du déplacement appliqué. La force tangentielle augmente linéairement pendant le régime de glissement partiel jusqu'à ce qu'elle atteigne une valeur maximale ( $\mu_t = 0,83$ ) en régime de glissement mixte. Ensuite, elle diminue lentement avant de se stabiliser à  $\mu_{stab} = 0,8$  dans le régime de glissement total une fois la couche accommodante du troisième corps formée. Cette étude montre qu'il n'y a pas d'amorçage de fissure (I) tant que le chargement cyclique tangentiel reste inférieur à une valeur seuil. Au-dessus de cette valeur seuil, à proximité du régime de glissement mixte, une première fissure primaire apparaît (II). Lorsque le contact bascule en RGM, la propagation de la fissure primaire s'arrête et, simultanément, des fissures secondaires apparaissent dans la zone de glissement (II). Une fois le régime de glissement total activé (RGT), les fissures secondaires sont généralisées sur toute l'interface (III).

### **IV.1.3. Analyse mécanique du processus de fissuration**

Pour interpréter l'influence des contraintes sur les fissures primaires, la distribution des contraintes maximales de traction et de cisaillement (Tresca) sont tracées pour deux conditions de glissement : partiel et total. Cette analyse est établie à partir de l'hypothèse élastique de Hertz-Mindlin [5] (fig. IV-5). Les contraintes dans la sous-couche ont été calculées, en utilisant un code FORTRAN. La programmation du modèle prend en considération la pression et le champ de contraintes de cisaillement défini par le formalisme de Mindlin et les expressions analytiques des contraintes de sous-couche fournies par Hamilton et al [11]. Les résultats du calcul des champs de contraintes montrent clairement que la contrainte de traction maximale est située en bordure du contact, alors que la contrainte de cisaillement maximale est répartie de façon homogène sur la zone de glissement.

Cette analyse des contraintes, établie pour une interface non-endommagée, doit être considérée avec prudence quand des longueurs importantes de fissuration sont générées. Toutefois, étant donné que les fissures primaires observées expérimentalement sont



systématiquement observées au bord du contact et se propagent presque perpendiculairement à la surface du contact (c'est-à-dire normale à l'orientation de la contrainte maximale principale), on peut conclure que pour la fissuration de la résine BMI, l'amorçage et la propagation est principalement contrôlée par la contrainte principale de traction. Ces fissurations sont aussi à mettre en relation avec le comportement fragile du polymère en-dessous de la transition vitreuse ( $T < T_g$ ).

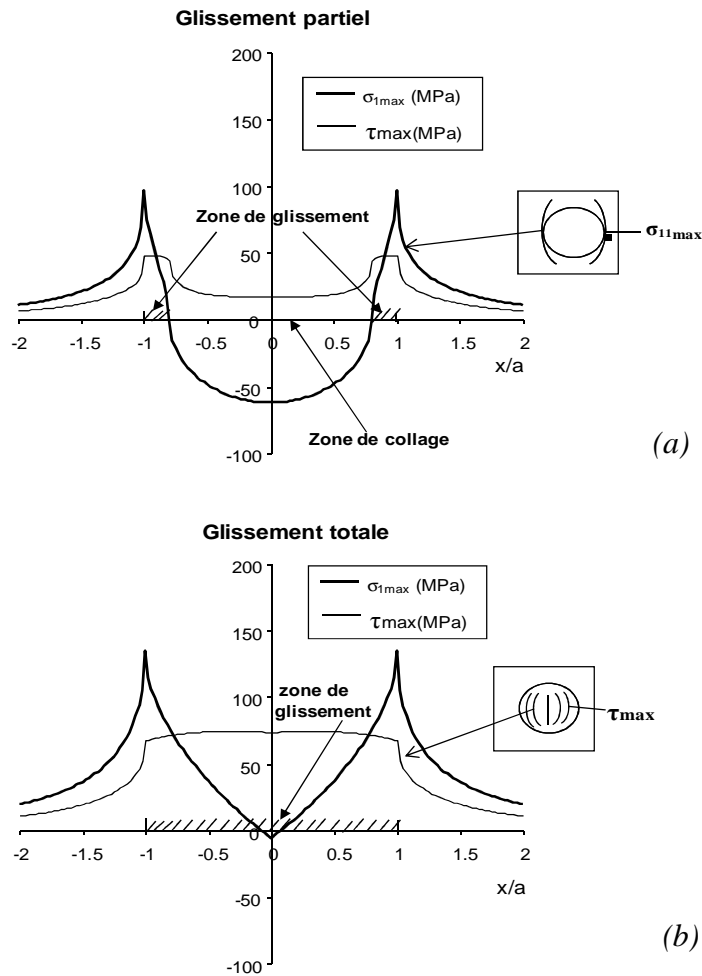


Fig. IV-5 : Evolution des contraintes imposées en surface pour deux conditions de glissement ( $\sigma_{1max}$ : la contrainte principale maximale de traction;  $\tau_{max}$ : la contrainte maximale au cisaillement) (BMI (20°C)/100Cr6,  $R=22,22$  mm,  $P=120$  N,  $a=807$   $\mu$ m,  $p_{max}=88$  MPa): a) condition de glissement partiel (RGP):  $k=c/a=0,8$ ,  $Q^*/\mu P=0,5$ ; b) condition de glissement total (RGT):  $k=c/a=0,0$ ,  $Q^*/\mu P=1,0$ .

#### IV.1.4. Analyse de la propagation des fissurations sous sollicitations de fretting : Influence de la température sur la condition d'arrêt des fissurations

Afin de mettre en évidence l'influence de la température sur la propagation des fissures, différents essais interrompus ont été réalisés à 20, 90 et 190 °C pour une condition de RGM stabilisée en glissement partiel (Fig. IV-6a,  $\delta^* = \pm 30 \mu\text{m}$ ,  $Q^* \approx 90 \text{ N}$ ) et une condition stabilisée en glissement total (Fig. IV-6b,  $\delta^* = \pm 100 \mu\text{m}$ ,  $Q^* \approx 100 \text{ N}$ ). On observe que la propagation des fissures est d'abord très rapide, puis se stabilise à une longueur de fissure maximale constante ( $N \approx 10000$  cycles). Cette évolution des longueurs de fissures en surface peut être interprétée, en tenant compte de la fissuration en sous-couche (Fig. IV-7).

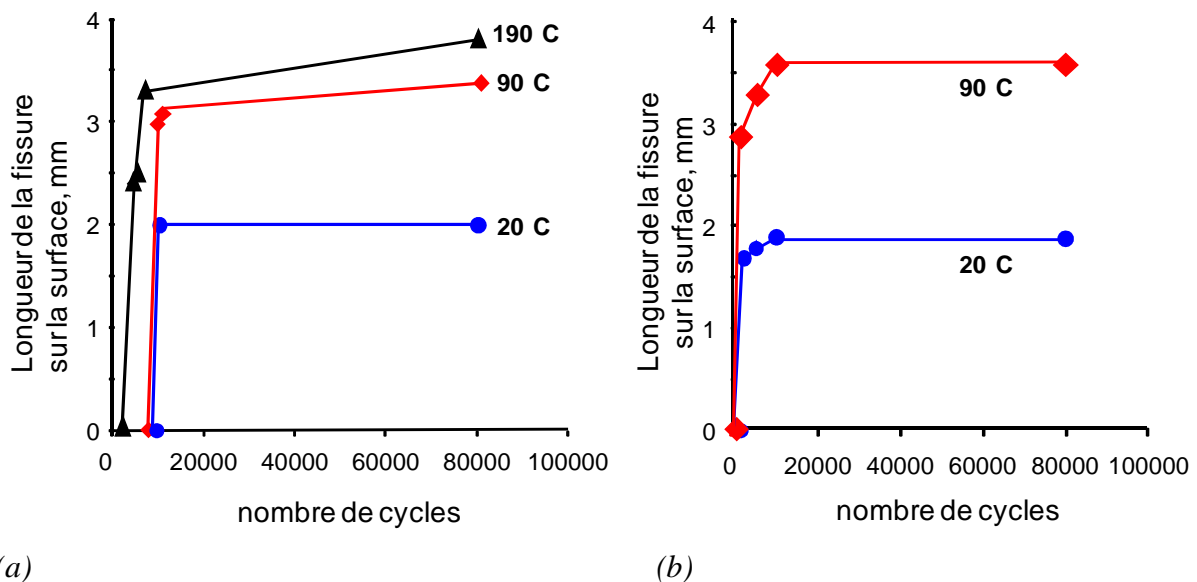


Fig. IV-6 : Influence de la température sur la longueur des fissures primaires pour les deux conditions de glissement : a) évolution de la longueur des fissures en fonction de cycles de fretting dans le glissement partiel ( $\delta^* = \pm 30 \mu\text{m}$ ,  $P = 120 \text{ N}$ ,  $Q^* = 90 \text{ N}$ ); b) évolution de la longueur des fissures en fonction de cycles de fretting dans le régime de glissement total (RGT) ( $\delta^* = \pm 100 \mu\text{m}$ ,  $P = 120 \text{ N}$ ,  $Q^* \approx 100 \text{ N}$ )

En effet, la fissure initiale primaire est sujette à des contraintes de contact (contraintes de tension) très importantes caractérisées, induisant une variation du facteur d'intensité de contrainte très élevée en pointe de fissure. La fissure propage alors suivant un processus de propagation en fatigue classique tel que  $db/dN = f(\Delta K)$ . On peut envisager de décrire cette propagation à partir d'une loi de Paris [125]. Cependant, le contact étant 3D, il n'a pas été

possible de déterminer les valeurs de  $\Delta K_I$  et  $\Delta K_{II}$ . On observe, cependant, que la fissuration se stabilise pour une longueur critique  $b_{ca}$ . On observe, par ailleurs, que la fissure primaire  $l_{ca}$  est d'autant plus grande que la fissure en sous-couche profonde  $b_{ca}$  (cf. § IV.1.1), si l'amplitude de la force tangentielle est élevée. De fait, lorsque le facteur d'intensité de contrainte  $\Delta K$  devient inférieur à la valeur seuil du matériau  $\Delta K_{th}$ , la propagation de fissure s'arrête (c'est-à-dire quand  $\Delta K_I < \Delta K_{th}$ ,  $db / dN = 0$ ) (Fig. IV-7).

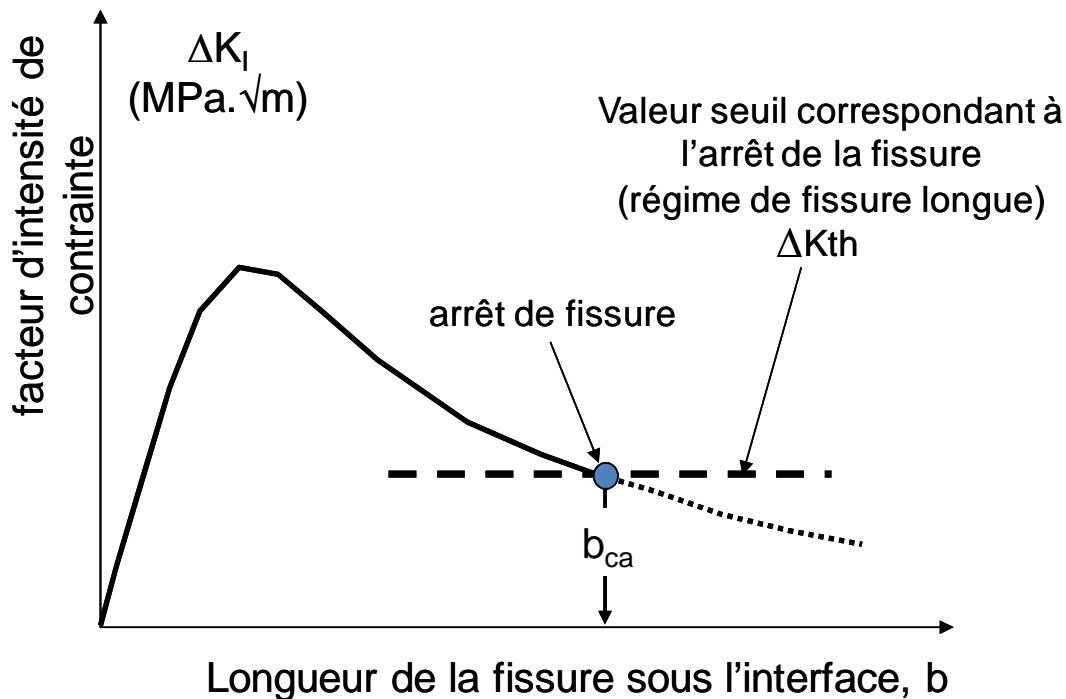


Fig. IV-7: Illustration de l'évolution du facteur d'intensité de contraintes en fonction de la longueur maximale de la fissure pour un essai de fretting (d'après [15]) ;  $b_{ca}$  – la longueur maximale de la fissure stabilisée liée à la condition d'arrêt de fissuration (la diminution de  $\Delta K_I$  en dessous de la valeur seuil  $\Delta K_{th}$  conduit un arrêt de fissuration  $b_{ca}$ )

On caractérise ainsi une longueur maximale de fissure obtenue pour les nombres de cycles tels que :  $N > 10000$  cycles. Il montre donc une relation entre le facteur d'intensité de contrainte et la longueur maximale de la fissure ( $b_{ca}$ ). Ainsi, nous pouvons déduire que plus la longueur maximale de la fissuration " $b_{ca}$ " est grande, plus la valeur de  $\Delta K_{th}$  est faible.

En se basant sur les résultats qui ne sont pas affectées par l'usure de surface (RGP,  $\delta^* = \pm 30 \mu\text{m}$ ), les longueurs maximales d'arrêt de fissures ( $l_{ca}$ ) sont 2, 3,2 et 3,7 mm respectivement à 20, 90 et 190 °C (cf. fig. IV-6). Comme les forces tangentielles appliquées

sont presque équivalentes, on suppose que la température diminue de façon significative la valeur seuil d'arrêt de fissuration de la résine BMI. Cette réduction est très importante entre 20 et 90 °C et apparemment plus faible entre 90 °C et 190 °C. Au-dessus de 190 °C les propriétés mécaniques du polymère sont fortement réduites, de sorte que la moindre extension de la longueur de fissuration peut être en partie attribuée à une réduction significative des contraintes du contact en raison de l'extension de la zone de contact.

Pour conclure, une étude quantitative de la condition d'arrêt des fissures demande une analyse complète du contact visco-élasto-plastique, y compris une modélisation de la fissure en 3D. Cette étude très complexe ne peut être abordée dans ce travail et donc, l'analyse se limite à une description qualitative.

#### IV.1.5. Analyse de l'amorçage de fissure: Influence de la température

Si une analyse quantitative de la propagation des fissures n'a pas pu être développée dans ce travail, certaines analyses semi quantitative du processus de nucléation des fissures peuvent toutefois être prises en compte. En effet, à l'étape de nucléation des fissures, la géométrie du contact n'est pas encore endommagée, de sorte que l'analyse analytique de champ des contraintes peut être effectuée. L'analyse des contraintes basée sur la formulation de modèle élastique de Mindlin-Hamilton [5], [11], [15] est développée, en prenant en considération le point le plus contraint situé en bordure de contact. En ce point particulier la charge est biaxiale [31]. Pour le régime de glissement partiel, le tenseur global du maximum de sollicitation est exprimé par :

$$\Sigma_{PS \max} = \Sigma_{PS}^P + \Sigma_{PS}^{Q*} \quad (\text{IV-1})$$

$$\Sigma_{PS}^P : \sigma_{11}^P = p_0 \cdot f_{11}^P \quad (\text{IV-2})$$

$$\sigma_{22}^P = p_0 \cdot f_{22}^P \quad (\text{IV-3})$$

$$\text{Et } \Sigma_{PS}^{Q*} : \sigma_{11}^{Q*} = q_0 \cdot f_{11}^{Q*} \quad (\text{IV-4})$$

$$\sigma_{22}^{Q*} = q_0 \cdot f_{22}^{Q*} \quad (\text{IV-5})$$

Donc,

$$\sigma_{11}^{\max} = \sigma_{11}^{Q*} + \sigma_{11}^P \quad (\text{IV-6})$$

$$\sigma_{22}^{\max} = \sigma_{22}^{Q*} + \sigma_{22}^P \quad (\text{IV-7})$$

Où  $\sigma_{11}^{\max}$  et  $\sigma_{22}^{\max}$  sont les valeurs maximales de contrainte en traction;  $\sigma_{11}^P, \sigma_{22}^P$  – les composantes statiques associés à l'effort normal,  $\sigma_{11}^{Q^*}, \sigma_{22}^{Q^*}$  - les composantes associées à l'amplitude du chargement alternée correspondant au cycle de l'effort tangentiel,  $p_0$  – la pression maximale;  $q_0 = \mu p_0$  – la valeur maximale de cisaillement ;  $\mu$  - le coefficient de frottement ;

$$f_{11}^{Q^*} = \frac{1}{4} \left[ (4 + \nu) \left( \frac{\pi}{2} - \Phi \right) + k(1 - k^2)^{1/2} (4 + \nu - 2\nu k^2) \right] \quad (IV-8)$$

$$f_{22}^{Q^*} = \frac{1}{4} \left[ 3\nu \left( \frac{\pi}{2} - \Phi \right) + \nu k(1 - k^2)^{1/2} (3 + 2k^2) \right] \quad (IV-9)$$

$$f_{11}^P = \frac{(1 - 2\nu)}{3}, \quad (IV-10) \qquad f_{22}^P = -f_{11}^P \quad (IV-11)$$

Et  $\Phi = \tan^{-1} \left( k / (1 - k^2)^{1/2} \right)$  et  $k = c/a = (1 - Q^*/Q_t)^{1/3} = (1 - \delta^*/\delta_t)^{1/2}$ .

Lorsque le contact est défini dans le régime de glissement total (RGT), le champ de contrainte est simplifié. En effet, en mettant  $k = 0$  et on peut négliger la composante de glissement partiel. Cependant, les résultats des calculs réalisés en régime de glissement total (RGT) doivent être pris avec prudence en raison de l'usure des surfaces, qui modifie le champ réel de contraintes, en élargissant la zone du contact.

Cette analyse est reprise pour différentes conditions de glissement, en introduisant l'effet de la température (20°C, 90°C et 190°C) via les valeurs du coefficient de frottement et le module de Young réel. Les résultats sont donnés dans la figure IV-8 qui représentent la  $\sigma_{11\max}$  en fonction de l'amplitude de débattement  $\delta^*$ . L'hypothèse d'un contact élastique est justifiée par le faible angle de perte  $\text{tg } \delta$  de la résine BMI à température ambiante et à 90 °C (environ 0,02 à 20°C et 0,024 à 90°C) (cf. Chapitre II, §. 2.3.2.2). Cette hypothèse est par ailleurs confirmée par la quasi stabilité du rayon de contact mesuré expérimentalement à 20°C et 90°C ( $a_{\text{exp}} = 0,8 \text{ mm}$ ).

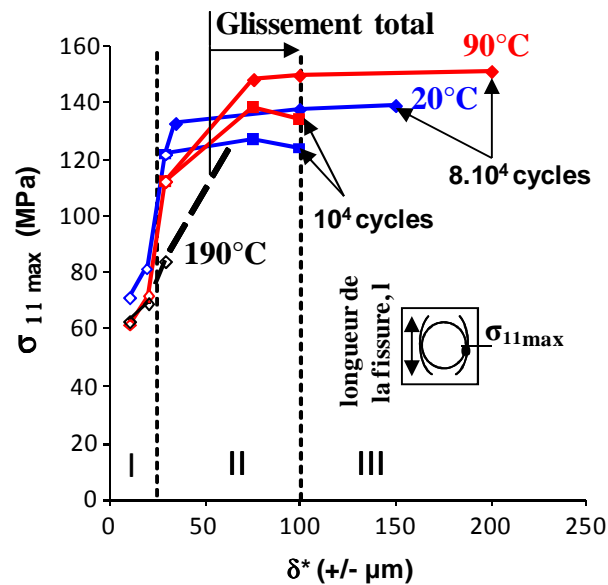
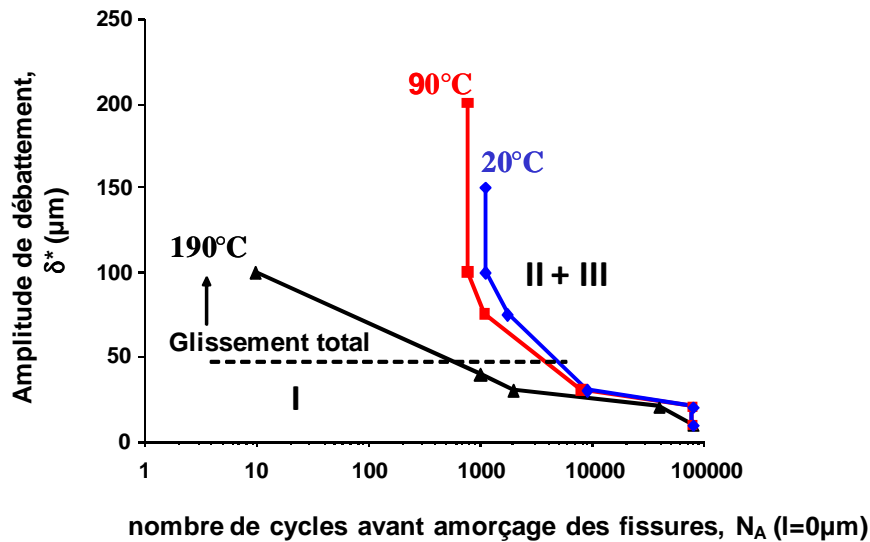


Fig. IV-8 : Evolution des contraintes maximales de traction en fonction du débattement pour différentes températures (modèle élastique de Mindlin-Hamilton [5], [11]) : les points noirs correspondent au glissement total, les points blancs – glissement partiel ; ■ -  $10^4$  cycles, ◆ -  $8 \cdot 10^4$  cycles ; I- absence d'endommagement, II - amorçage et la propagation des fissures primaires, III – stabilisation des fissures primaires

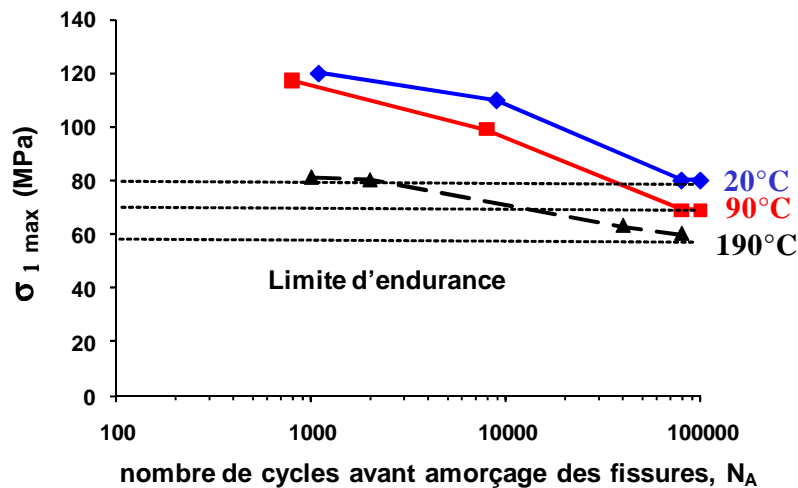
L'hypothèse d'un contact élastique n'est plus valable à  $190^\circ\text{C}$  en raison de l'effet du fluage dans le contact [cf. Annexe III]. Toutefois, afin de comparer les essais, une description élastique de l'interface à  $190^\circ\text{C}$  est appliquée, en utilisant les propriétés mécaniques définies à partir des essais de DMA. Les données correspondantes de contraintes sont tracées avec des lignes pointillées pour souligner le fait que, par rapport à la température ambiante et à  $90^\circ\text{C}$ , les valeurs calculées sont probablement loin de la réalité. Il est à noter que l'hypothèse élastique tend à surestimer les contraintes réellement imposées à  $190^\circ\text{C}$ , induisant une prévision conservatrice de la fissuration. En effet, le fluage à  $190^\circ\text{C}$  augmente considérablement la zone de contact et réduit la pression et donc les contraintes imposées dans le contact. Cela implique une forte réduction de facteur d'intensité de contrainte par rapport aux calculs estimés dans le domaine élastique (fig. IV-8). Une augmentation de la température entraîne une augmentation du coefficient de frottement (tableau III-1). Comme le montre la carte de sollicitation locale de la résine BMI pour différentes températures, cela favorise une extension des domaines de glissement partiel et total, mais augmente également les contraintes cycliques  $\sigma_{1\max}$ . Pour les expériences décrites ci-dessus, les valeurs calculées de contrainte de traction  $\sigma_{1\max}$  sont de l'ordre de 70 à 139 MPa à température ambiante et 60-

169 MPa à 90°C. Ainsi, en plus de la réduction de la valeur seuil d'arrêt de fissure ( $\Delta K_{th}$ ), la température accroît l'aire de contact et donc, réduit l'amplitude des chargements.

Pour montrer l'influence de la température sur le processus de fissuration, le nombre de cycles au moment de l'amorçage des fissures ( $N_A$ ) est déterminé pour les conditions de glissement partiel et total à 20°C, 90°C et 190°C (fig. IV-9). Pour chaque condition étudiée plusieurs tests itératifs ont été réalisés de façon à mettre en évidence le nombre de cycles au moment de l'amorçage des fissures en surface (c'est-à-dire la longueur initiale de la fissure au surface  $l_i = 0$  mm). Cette analyse a été faite pour une force normale constante de  $P = 120$  N. La Figure IV-9a montre l'évolution de l'amplitude du débattement appliquée en fonction du nombre de cycles avant amorçage des fissures pour les températures : 20°C, 90°C et 190°C. Une forte diminution de l'endurance en amorçage des fissures est observée dans les régimes de glissement mixte (RGM) et partiel (RGP) suivie par une évolution stable dans le régime de glissement total (RGT) à 20°C et 90°C. Ceci est cohérent avec le fait que la force normale contrôle indirectement l'amplitude de la force tangentielle. Cette dernière augmente avec l'amplitude du débattement en glissement partiel mais stabilise une fois que le contact bascule en glissement total ( $Q^* = \mu.P$ ). Un résultat important est le fait que la température a tendance à diminuer l'endurance en amorçage donc à augmenter les régimes de glissement mixte et total. Cela est particulièrement marqué lorsque la température atteint 190 °C. Cependant, afin de décrire l'effet relatif entre les chargements de contact et les propriétés de fatigue, une analyse complète des contraintes est réalisée et les résultats obtenus sont tracés dans la figure IV-9b. Cette analyse a été limitée pour les conditions stabilisées de glissement partiel pour éviter toute fluctuation induite par l'usure des surfaces. La figure IV-9b trace les contraintes correspondantes calculées en fonction de l'endurance en amorçage des fissures. Cette analyse démontre clairement que la température diminue la résistance en amorçage des fissures quel que soit le domaine d'endurance (de  $10^2$  à  $10^5$  cycles de fretting). Par ces calculs, nous pouvons dire que la limite de fatigue à  $10^5$  cycles est d'environ  $\sigma_{1max} = 80$  MPa à 20 ° C puis se réduit à  $\sigma_{1max} = 70$  MPa à 90 ° C et  $\sigma_{1max} \approx 60$  MPa à 190 ° C. Cette analyse démontre qu'en plus de l'augmentation du coefficient de frottement, la température diminue de manière significative les propriétés de fatigue de la résine BMI. En outre, comme mentionné précédemment, l'hypothèse élastique tend à surestimer la valeur de la contrainte à haute température, et donc la réduction de l'endurance à 190 °C est probablement plus importante que celle déduite du calcul.



(a)



(b)

Fig. IV-9: a) Evolution de l'amplitude de débattement associée au seuil d'amorçage en fonction de nombre de cycles considéré à 20°C, 90°C et 190°C (résine BMI) ( $P=120N$ ,  $l_i=0\mu\text{m}$ ); b) Analyse mécanique des données issues de la courbe IV-9a permettant de tracer le seuil d'amorçage en fonction de la contrainte  $\sigma_{1\max}$ . Les contraintes de traction maximales sont calculées à partir du modèle élastique de Mindlin-Hamilton à 20°C, 90°C et à 190°C (ligne pointillée)

#### IV.1.6. Synthèse

On a montré que l'endommagement principal de la résine BMI est lié à l'amorçage et propagation des fissures primaires. Elles s'initient au bord du contact. Nous confirmons que cette position correspond au point où les contraintes de traction sont maximales. L'étude en



fonction de la température (20°C, 90°C et 190°C) confirme la présence de trois domaines de réponse du matériau: absence d'endommagement, amorçage et la propagation des fissures primaires, stabilisation des fissures. On a pu montrer aussi que les fissures se propagent plus rapidement à haute température qu'à la température ambiante. D'autre part, nous avons analysé la condition d'amorçage des fissures en fonction du nombre de cycles considérés et de la température. La diminution avec la température des propriétés de fatigue de la résine BMI (endurance en amorçage des fissures) pour un très large spectre de durées de vie (de  $10^2$  aux  $10^5$  cycles) a été démontrée et quantifiée.

## **IV.2. ETUDE DE L'USURE**

### **IV.2.1. Analyse des traces d'usure**

L'analyse de la fissuration en RGT montre qu'au bout d'un certain temps, l'ensemble des fissures primaires et secondaires favorise les détachements de particules et par conséquence, la formation et l'éjection des débris au niveau du contact, induisant une usure du contact. Une des particularités de la résine bismaléimide qui a pu être mise en évidence par observation optique (loupe binoculaire), est la formation d'une énorme quantité de débris à température ambiante (fig. IV-10a). La couleur rouge foncé des débris correspond à un mélange de débris de la résine et de l'acier (oxydes de fer). On remarque qu'à température ambiante la constitution d'un troisième corps protecteur (BMI) est relativement longue à être mise en œuvre, les débris sont facilement éjectés, d'où cette énorme quantité de débris en dehors du contact. En revanche, à haute température très peu de débris sont éjectés de la zone du contact (fig. IV-10b). La couleur des débris est rouge clair correspondant aux débris issues de la résine BMI. L'acier s'use beaucoup moins qu'à température ambiante, les volumes d'usure obtenus sont négligeables par rapport à ceux de la résine (fig. IV-11).

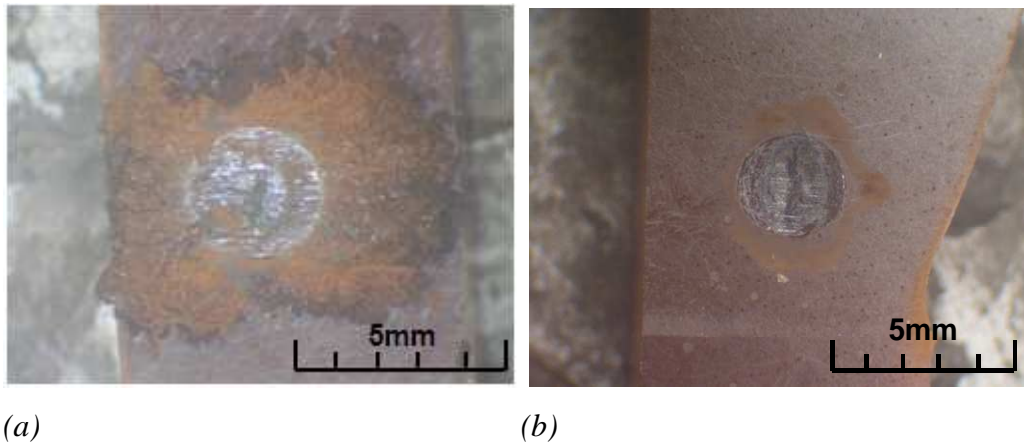


Fig. IV-10 : Analyse des traces d'usure de la résine BMI observées par une loupe binoculaire ( $P=120N$ ,  $n= 80000$  cycles) : a)  $20^{\circ}C$ ,  $\delta^* = \pm 150\mu m$  ; b)  $215^{\circ}C$ ,  $\delta^* = \pm 200\mu m$

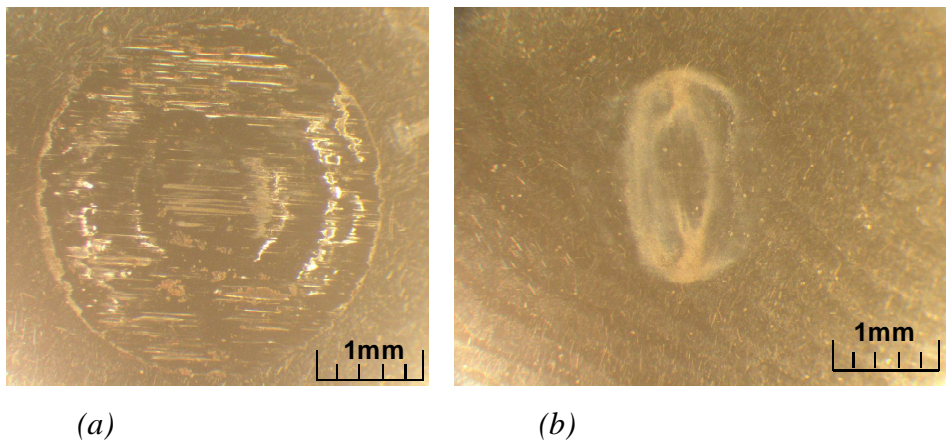


Fig. IV-11 : Analyse des traces d'usure de l'acier 100Cr6 observées par une loupe binoculaire ( $P=120N$ ,  $n = 80000$  cycles): a)  $20^{\circ}C$ ,  $\delta^* = \pm 150\mu m$  ; b)  $215^{\circ}C$ ,  $\delta^* = \pm 200\mu m$

Dans cette étude nous nous intéressons à l'usure de la résine bismaléimide (BMI) et notamment à l'approche énergétique qui permet de lier l'usure au travail de la force tangentielle au travers du concept d'énergie dissipée. Afin de mieux comprendre cette approche, la résine BMI est comparée avec la résine époxyde, classiquement utilisée dans l'industrie.

#### IV.2.2. Approche énergétique de l'usure pour les résines BMI et RTM6

L'analyse de l'usure de la résine BMI a été effectuée pour différentes forces normales comprises entre 30 et 250N et différentes températures. Une des approches de quantification de l'usure consiste à comparer le volume usé à l'énergie dissipée cumulée ou,

travail de frottement dissipé au niveau de l'interface [24]. Cette énergie dissipée correspond à l'accumulation de l'énergie déterminée sur l'ensemble des cycles de fretting:

$$\sum E_d = \sum_{i=1}^N E_{di} \quad (IV-12)$$

avec

$$E_{di} = \int_{t=1}^T Q_i(t) \cdot \delta_i(t) \quad (IV-13)$$

où  $E_{di}$  est l'énergie dissipée à  $i^{\text{ème}}$  cycle.

#### IV.2.2.1. Approche énergétique de l'usure à la température ambiante

Afin d'évaluer la cinétique d'usure de la résine BMI, un essai de fretting a été réalisé pour un chargement constant ( $P = 120\text{N}$ ,  $\delta^* = \pm 150 \mu\text{m}$ ) et différents nombre de cycles. La figure IV-12 montre une évolution croissante bilinéaire du volume usé en fonction du nombre de cycles appliqué. On observe une évolution discontinue avec un régime d'usure initiale élevé suivi d'une baisse du taux d'usure après 80000 cycles (■). Cependant, si on applique d'autres conditions de chargement (▲, △, ●), comme on pouvait s'y attendre on observe une forte dispersion.

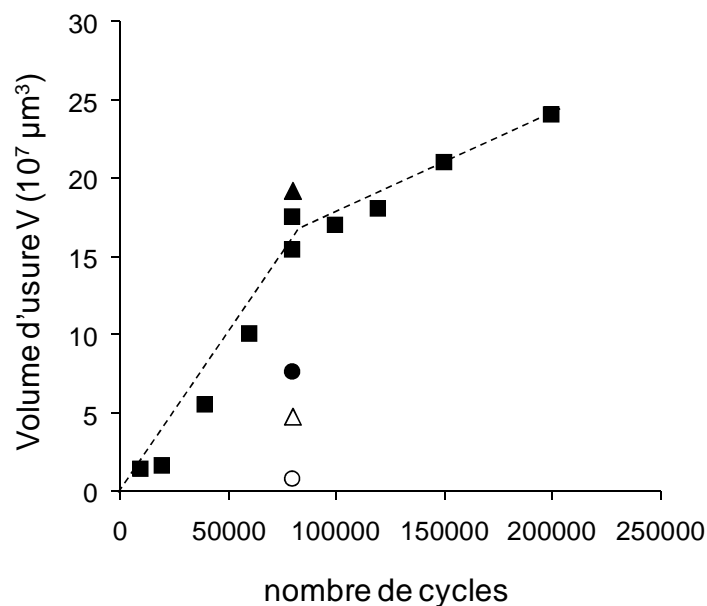


Fig. IV-12 : Evolution du volume d'usure de la résine BMI en fonction du nombre de cycles à la température ambiante (20°C); La condition de chargement stable et la durée du test variable: (■)  $P=120 \text{ N}$ ,  $\delta^* = \pm 150 \mu\text{m}$ ,  $10000 < n < 200000$ ; la durée du test stable  $n=80000$  cycles, et les conditions de chargement variables : (●)  $P= 120 \text{ N}$ ,  $\delta^* = \pm 100 \mu\text{m}$ ; (○)  $P= 120 \text{ N}$ ,  $\delta^* = \pm 40 \mu\text{m}$ ; (▲)  $P= 250 \text{ N}$ ,  $\delta^* = \pm 150 \mu\text{m}$ ; (△):  $P= 250 \text{ N}$ ,  $\delta^* = \pm 60 \mu\text{m}$

La figure IV-13 montre la même évolution de volume d'usure que celle observée précédemment ( $P=120\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 100\mu\text{m}$ ) en fonction du nombre de cycles pour la résine RTM6. En revanche, la transition de la cinétique d'usure de la résine RTM6 se passe pour un nombre de cycles plus faible (vers 55000 cycles).

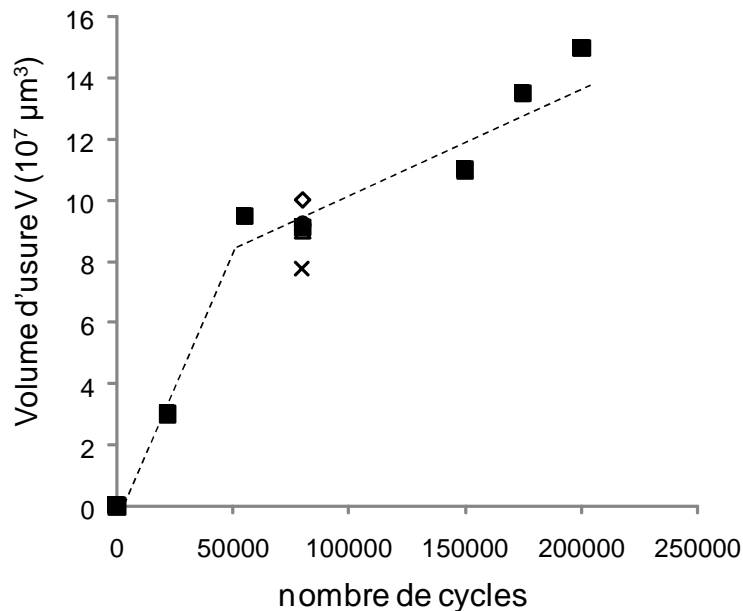


Fig. IV- 13: Evolution du volume d'usure de la résine RTM6 en fonction du nombre de cycles à la température ambiante ( $20^{\circ}\text{C}$ ); La condition de chargement stable et la durée du test variable: (■)  $P=120\text{ N}$ ,  $\delta^* = \pm 100\mu\text{m}$ ,  $10000 < n < 200000$ ; la durée du test stable  $n=80000$  cycles, et les conditions de chargement variables : (x)  $P= 30\text{ N}$ ,  $\delta^* = \pm 100\mu\text{m}$ ; (◇)  $P= 200\text{ N}$ ,  $\delta^* = \pm 100\mu\text{m}$

Cette analyse simplifiée du mécanisme d'usure en fonction de la durée de l'essai n'est pas suffisante. En effet, elle nécessite un paramètre de chargement global qui prend en considération la force normale, l'amplitude de débattement et le coefficient de frottement. C'est pour cette raison que le volume d'usure est comparé à l'énergie cumulée. La figure IV-14 montre l'évolution du volume d'usure ( $V$ ) en fonction de l'énergie dissipée cumulée ( $\sum E_d$ ) pour les deux résines RTM6 et BMI. Classiquement, dans le cas des matériaux métalliques et céramiques, une évolution linéaire est observée [126], [127], [128]. Pour les résines thermodurcissables on observe une évolution quasi-bilinéaire (Fig. IV-14). La première période est caractérisée par un taux d'usure élevé caractérisé par une valeur élevée de  $\alpha_{V-I}$  (c'est-à-dire la pente associée à l'approximation linéaire). Au-delà d'une transition associée à un volume  $V_{tr}$ , associé à l'énergie dissipée  $E_{dtr}$ , la cinétique d'usure montre ensuite

une évolution discontinue conduisant à un régime d'usure plus bas, qui est caractérisé par le deuxième facteur d'énergie d'usure  $\alpha_{V-II}$  où  $\alpha_{V-II} < \alpha_{V-I}$  (la deuxième période).

La cinétique d'usure peut être exprimée par la relation suivante :

$$\text{Si } \sum Ed \leq Ed_{tr} (V \leq V_{tr}) V = \alpha_{V-I} \cdot \sum Ed \tag{IV-14}$$

$$\text{Si } \sum Ed \geq Ed_{tr} (V \geq V_{tr}), V = \alpha_{V-II} \cdot (\sum Ed - Ed_{tr}) + Ed_{tr} \cdot \alpha_{V-I} \tag{IV-15}$$

Le tableau IV-2 compare les paramètres associés à la loi d'usure ainsi établie pour les résines RTM6 et BMI.

Cette approche montre que les facteurs d'énergie d'usure  $\alpha_{V-I}$  sont différents pour les deux résines. Dans la première période ( $\alpha_{V-I}$ ) la résine RTM6 présente un coefficient d'usure plus élevé que celui de la résine BMI ( $\alpha_{V-I RTM6} / \alpha_{V-I BMI} = 1,8$ ). En revanche, dans la deuxième période la valeur du facteur d'énergie d'usure de la résine RTM6 ( $\alpha_{V-II RTM6}$ ) est plus petite que celle de la résine BMI ( $\alpha_{V-II BMI}$ ) ( $\alpha_{V-II RTM6} / \alpha_{V-II BMI} = 0,65$ ).

	$\alpha_{V-I}, \mu\text{m}^3/\text{J}$	$\alpha_{V-II}, \mu\text{m}^3/\text{J}$	$V_{tr}, (10^7 \mu\text{m}^3)$	$E_{dtr}, \text{J}$
RTM6	276000	22000	9	450
BMI	154000	34000	17	1000

Tab. IV-2 : Facteurs de l'énergie d'usure à la température ambiante

La différence principale entre les deux résines est donc liée au changement de pente au niveau de la transition ( $E_{dtr}, V_{tr}$ ). En particulier,  $V_{tr}$  est presque deux fois plus petit pour la résine RTM6 que pour la résine BMI. Afin d'interpréter cette évolution, il est important de mentionner que le volume d'usure est mesuré par profilométrie 3D après un nettoyage avec de l'éthanol dans un bain à ultrasons pendant 10 minutes. En effet, le lit de débris piégé au niveau du contact, appelé « troisième corps » peut fausser la mesure de l'usure au sens de la quantité de matière extraite des massifs ou premiers corps. Plusieurs observations montrent que pendant la première période I, la couche de troisième corps générée par le fretting est instable. On peut en conclure que les phénomènes intervenants dans cette période I sont reliés aux interactions sévères au niveau du premier corps induisant ainsi une cinétique d'usure élevée. En revanche, le troisième corps associé à la deuxième période II est stable et forme une couche homogène. La majeure partie de l'énergie est dissipée dans le troisième corps (transformation des débris). Cela explique pourquoi la cinétique d'usure diminue brutalement.

Dans la figure IV-15 la topographie 3D des traces d'usure des résines étudiées par profilométrie confirme à nouveau cette hypothèse.

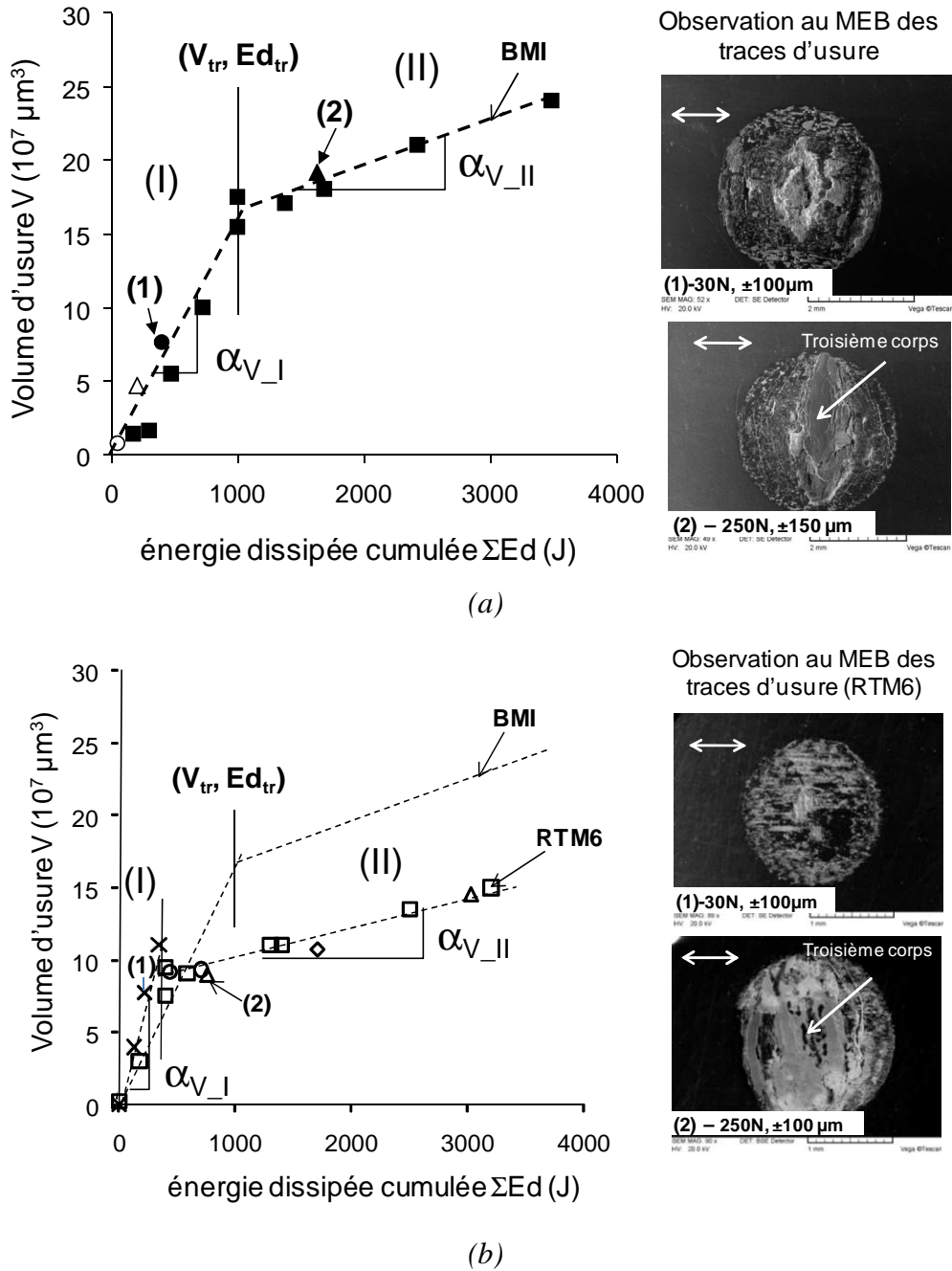


Fig. IV-14 : Approche énergétique des résines RTM6 et BMI ( $P=30-250N$ ,  $\delta^*=20-250\mu m$ ):

- a) BMI : (■) – 120N,  $\delta^*=[40-150\mu m]$ ,  $n= [10^4-2.10^5 \text{ cycles}]$ ,
- (▲ [ $\delta^*=\pm 150\mu m$ ],  $\Delta$  [ $\delta^*=\pm 60\mu m$ ]) – 250N,  $n=8.10^4 \text{ cycles}$ ,
- (◉ [ $\delta^*=\pm 40\mu m$ ], ● [ $\delta^*=\pm 100\mu m$ ]) – 30N,  $n=8.10^4 \text{ cycles}$  ;
- b) RTM6 : (□) – 120N,  $\delta^*=[25-200\mu m]$ ,  $n=[10^4-2.10^5 \text{ cycles}]$ ,
- (×) – 30N,  $\delta^*=[75-150\mu m]$ ,  $n=8.10^4 \text{ cycles}$ ,
- (◉) – 75N,  $\delta^*=[100-150\mu m]$ ,  $n=8.10^4 \text{ cycles}$ ,
- (◇) – 200N,  $\delta^*=[35-200\mu m]$ ,  $n=8.10^4 \text{ cycles}$ ,
- (△) – 250N,  $\delta^*=[40-250\mu m]$ ,  $n=8.10^4 \text{ cycles}$

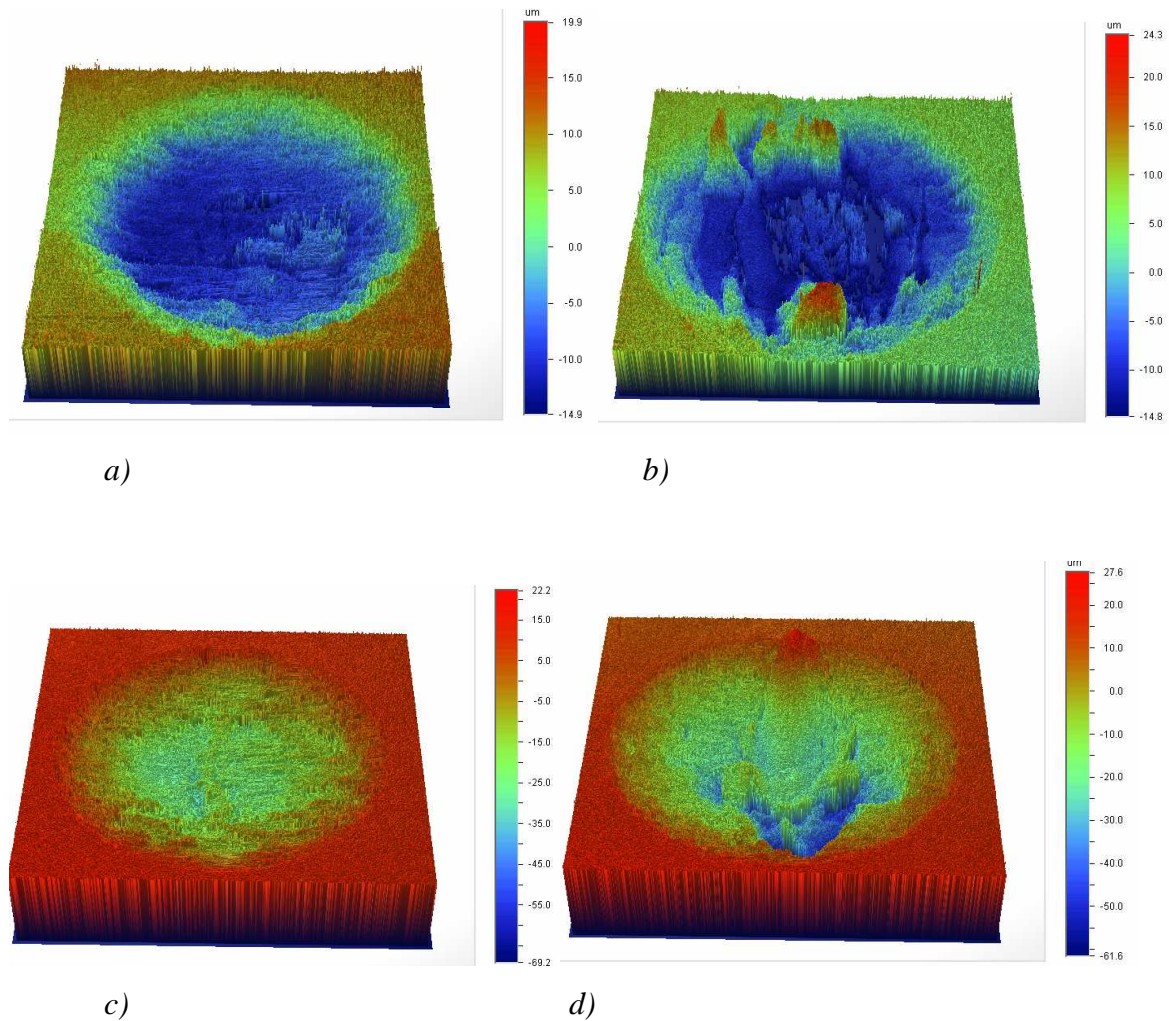


Fig. IV-15 : Topographie 3D des surfaces d'usure des résines étudiées réalisées par un profilométrie ( $n=80000$  cycles,  $T=25^{\circ}\text{C}$ ) : a) RTM6,  $P=30\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 100\mu\text{m}$ ; b) RTM6,  $P=250\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 100\mu\text{m}$ ; c) BMI,  $P=30\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 100\mu\text{m}$ ; d) BMI,  $P=250\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 150\mu\text{m}$

Nos observations montrent qu'à la fin de la période I la quantité de débris éjectée au niveau du contact est plus élevée pour la résine BMI que pour la résine RTM6. Cela suppose que les propriétés cohésives des débris générés à partir de l'usure de la résine RTM6 sont plus favorables à la formation d'un troisième corps stable et protecteur. L'observation par microsonde EDX montre qu'une couche homogène de troisième corps (présence notamment du Fe et d'oxygène) dans les deux cas pour des conditions de chargement correspondant à la deuxième période (fig. IV-16). L'observation en coupe des traces au MEB montre que le troisième corps dans le cas de la résine RTM6 est plus épais que dans le cas de la résine BMI et son épaisseur correspond environ  $5\mu\text{m}$  (fig. IV-17).

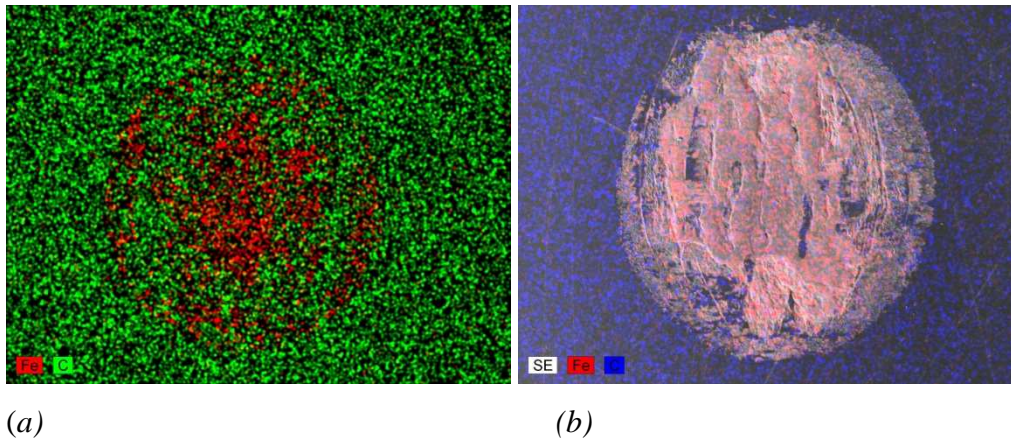


Fig. IV-16 : Analyse des traces d'usure des résines BMI et RTM6 par EDX : a) BMI, 120N,  $\pm 150\mu\text{m}$ , 80000 cycles ; b) RTM6, 200N,  $\pm 200\mu\text{m}$ , 80000 cycles

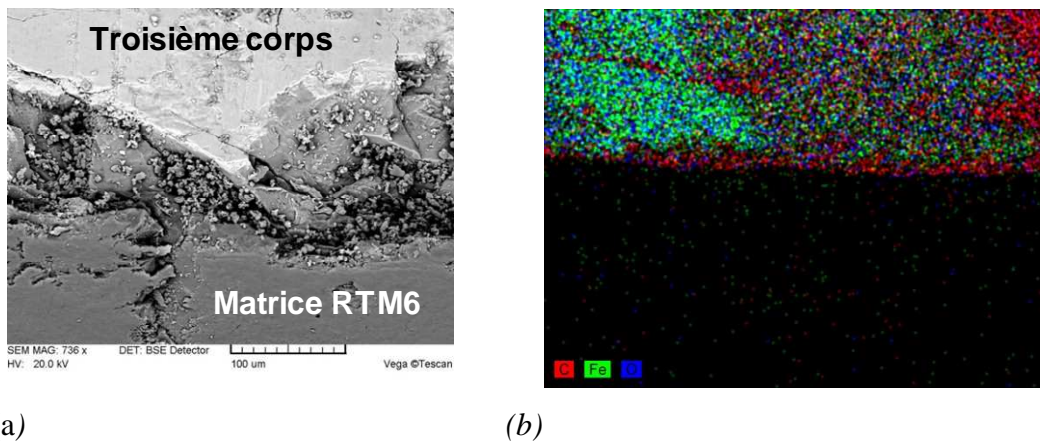


Fig. IV-17 : Analyse du troisième corps : a) Observation au MEB – coupe transversale de la résine RTM6 (l'épaisseur du troisième corps est de l'ordre de  $5\mu\text{m}$ ) ; b) composition chimique du troisième corps analysée par EDX

#### IV.2.2.2. Approche énergétique de l'usure dans l'intervalle de 90- 215°C

Afin d'évaluer l'influence de la température sur les propriétés d'usure des résines étudiées, nos résines ont été testées en fretting dans une gamme de température comprise entre 90 et 215°C. L'évolution du volume d'usure total en fonction de l'énergie dissipée est tracée dans la figure IV-18. Comme pour les essais en température ambiante, la variation de l'usure de la résine BMI en fonction de l'énergie dissipée  $\sum E_d$  révèle deux périodes (fig. IV-18a, fig. IV-19a-b). L'observation des traces du fretting au MEB et à l'aide de profilométrie (fig. IV-19b)) (après nettoyage avec de l'éthanol dans un bain à ultrasons pendant 10 minutes) montre que seulement une petite quantité de la couche du troisième corps



reste au niveau du contact. Cela suppose que pour les conditions de hautes températures les propriétés cohésives du troisième corps sont plus faibles qu'à la température ambiante, et que les débris sont plus facilement éjectés. Les différents paramètres d'usure calculés sont reportés dans le tableau IV-3. La comparaison avec les paramètres d'usure obtenus à température ambiante, peuvent être discutés ainsi :

- Dans la gamme de températures [90-215 °C]  $\alpha_I$  pendant la première période est plus élevé (environ deux fois) ;
- Le volume d'usure à la transition  $V_{tr}$  est beaucoup plus faible à haute température ( $V_{tr\_amb} > V_{tr\_90-215°C}$ ) ;
- Le volume d'usure lié au régime stabilisé (période II) est considérablement plus élevé que celui déterminé à température ambiante et sa pente est beaucoup plus grande que celle observée à température ambiante.

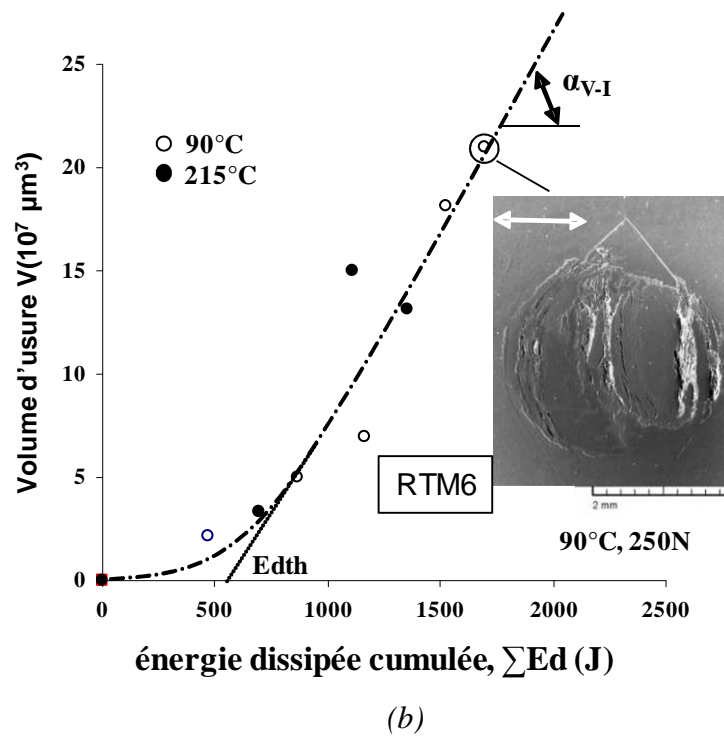
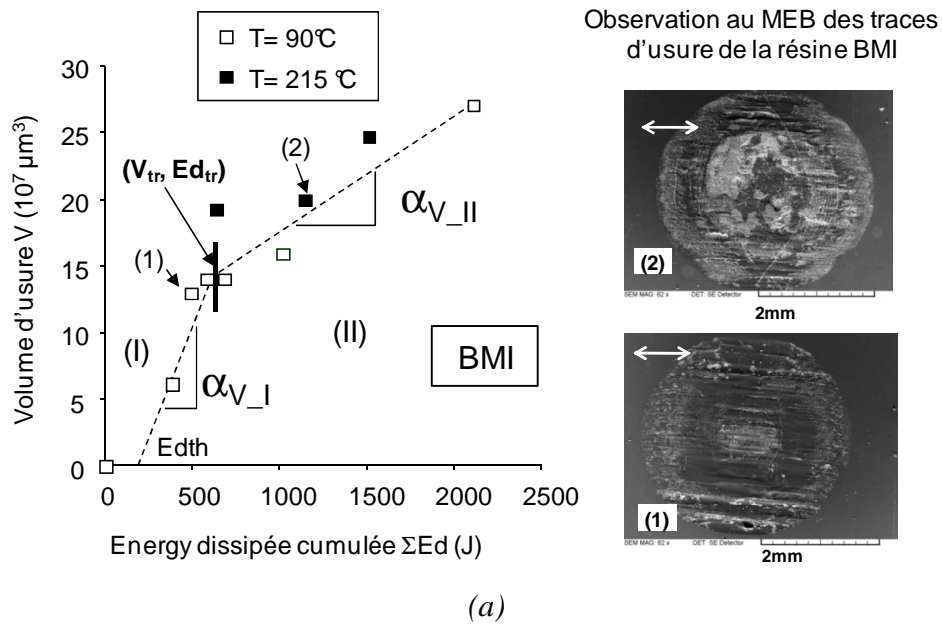


Fig. IV-18 : Approche énergétique et observation par MEB à haute température [ $T=90-215^\circ\text{C}$ ] de la résine BMI (a) et de la résine RTM6 (b) (Observation par MEB dans le cas de la résine BMI : (1) -  $P=30\text{N}$ ,  $\delta^* = \pm 200\mu\text{m}$ ,  $T=90^\circ\text{C}$ ,  $n=80000$  cycles ; (2) -  $P=75\text{N}$ ,  $\delta^* = \pm 200\mu\text{m}$ ,  $T=215^\circ\text{C}$ ,  $n=80000$  cycles).

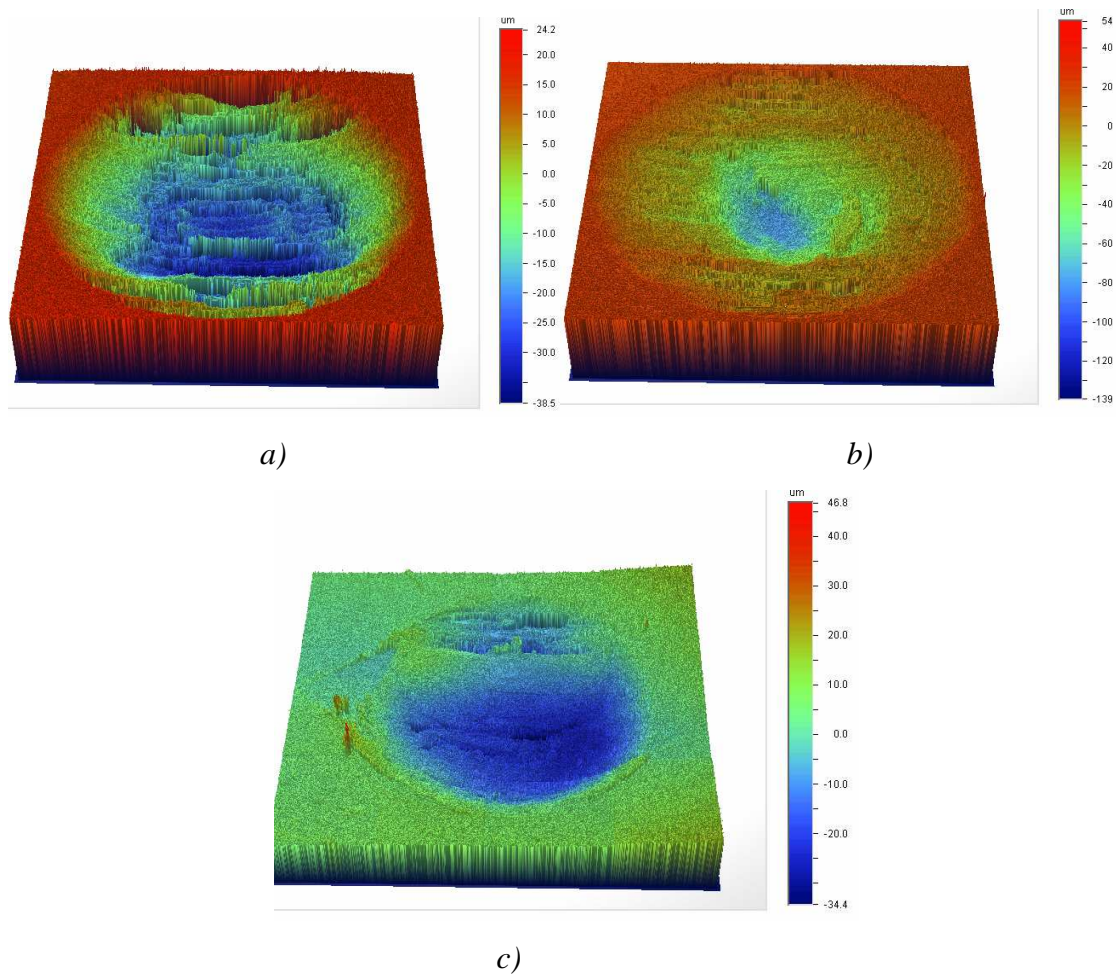


Fig. IV-19 : Topographie 3D des surfaces d'usure des résines ( $N=80000$  cycles,  $\delta^*=\pm 200\mu m$ ): a) BMI :  $P=30N$ ,  $T=90^\circ C$ ; b) BMI:  $P=75N$ ,  $T=215^\circ C$ ; c) RTM6 :  $P=250N$ ,  $T=90^\circ C$

	$\alpha_{V-I}, \mu m^3/J$	$\alpha_{V-II}, \mu m^3/J$	$V_{tr}, (10^7 \mu m^3)$	$E_{dtr}, J$	$E_{dth}, J$
RTM6	184000	-	-	-	550
BMI	300000	94000	14	600	250

Tab. IV-3 : Facteurs de l'énergie d'usure à haute température ( $T= [90- 215^\circ C]$ )

Les propriétés cohésives du troisième corps en fonction de la température ont été aussi étudiées pour la résine RTM6 (fig. IV-18b). Ces dernières montrent une évolution monotone de l'usure ( $\alpha_{RTM6}= 184000 J/\mu m^3$ ) sans aucune transition vers un régime d'usure plus faible (période II). L'observation des traces de fretting (après nettoyage avec de l'éthanol dans un bain à ultrasons pendant 10 minutes) montre que tous les débris d'usure sont éjectés de la

surface du contact. Cela suppose que les propriétés cohésives des débris (troisième corps) sont faibles. Par conséquent, il est difficile de former un troisième corps protecteur.

Par rapport à la température ambiante (cf. fig. IV-14), les essais menés dans la gamme de [90-215°C] mettent en évidence une énergie seuil d'incubation  $E_{dth}$ , ce qui signifie qu'il faut plus d'énergie dissipée pour former les premiers débris du troisième corps. (fig. IV-18). Les courbes de DMA pour les deux résines montrent que l'augmentation de la température induit une réduction du module de Young et une augmentation de l'angle de perte. Cette évolution engendre l'augmentation de la surface du contact et par conséquent, la réduction de la pression de contact et de l'amplitude des chargements. En plus, en créant une accommodation plus importante sous la zone du contact, la température réduit la proportion d'énergie dissipée au niveau de l'interface du contact. La combinaison de ces deux facteurs peut donc expliquer la présence d'une énergie seuil d'incubation relativement importante vis-à-vis de la formation des premiers débris à hautes températures.

Les résultats des analyses EDX réalisées sur les traces d'usure des deux résines confirment que dans la gamme de températures [90-215°C] aucune couche du troisième corps n'a été formée pour la résine RTM6 alors que dans le cas de la résine BMI, seule une faible quantité du troisième corps est détectée (fig. IV-20).

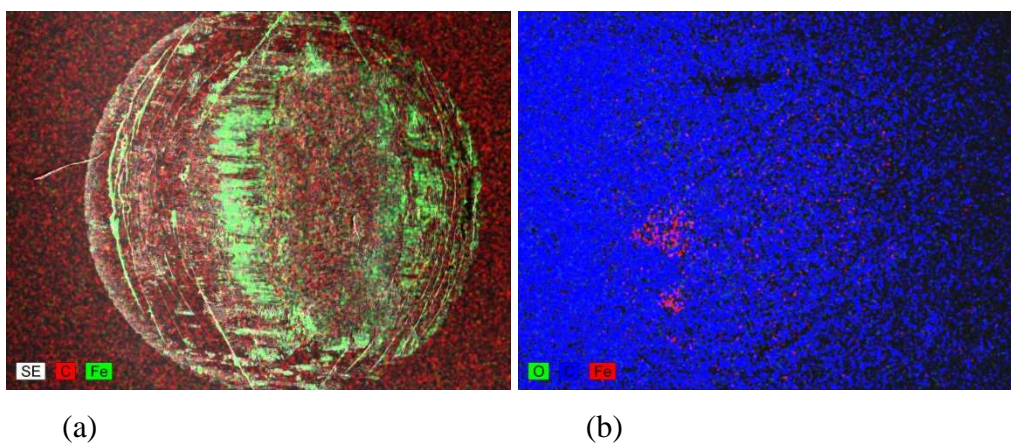


Fig. IV-20 : Analyse EDX réalisée sur les traces d'usure: a) BMI (faible quantité du troisième corps), 200N,  $\pm 200\mu\text{m}$ , 80000 cycles, 90°C ; b) RTM6 (absence du troisième corps), 200N,  $\pm 200\mu\text{m}$ , 80000 cycles, 90°C

### IV.2.3. Mécanisme de formation du troisième corps

Afin de mieux comprendre le mécanisme de formation du troisième corps à température ambiante et la raison de son absence à plus haute température, des essais de fretting ( $P=120\text{N}$ ,  $\delta=\pm 150\mu\text{m}$ ,  $n=80000$  cycles) à température ambiante et à  $90^\circ\text{C}$  sont réalisés. La zone du contact de la résine BMI est caractérisée par DSC. La procédure consiste à prélever par l'intermédiaire d'un cutter un échantillon de matière de la résine BMI situé dans la zone du contact (avec ou sans troisième corps selon la température) et à comparer ce dernier avec la résine BMI brut de livraison. Cinq éprouvettes pour chaque essai sont testées et analysées. La même quantité de masse est prélevée dans chaque cas.

Les diagrammes DSC obtenus sur les éprouvettes avec et sans présence du troisième corps à  $20^\circ\text{C}$  et  $90^\circ\text{C}$  sont présentés dans les figures IV-21 et IV-22.

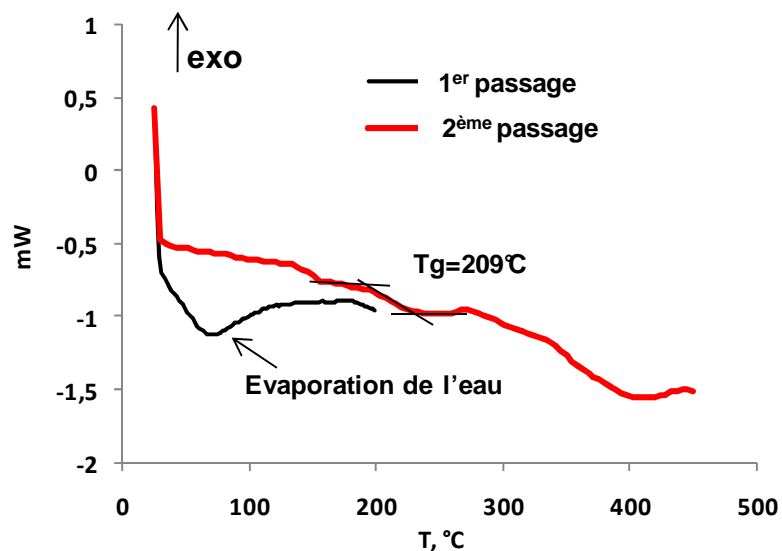
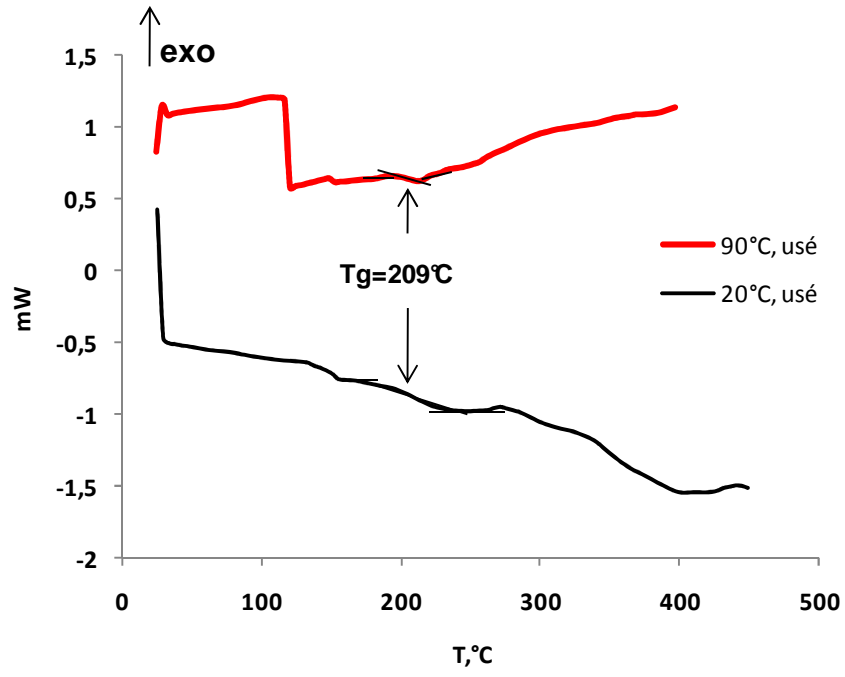
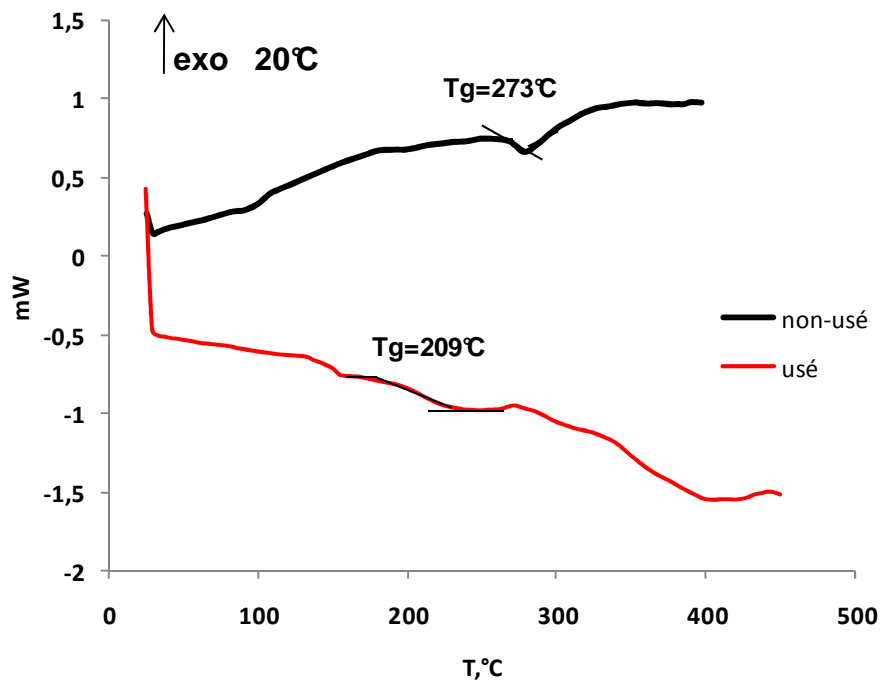


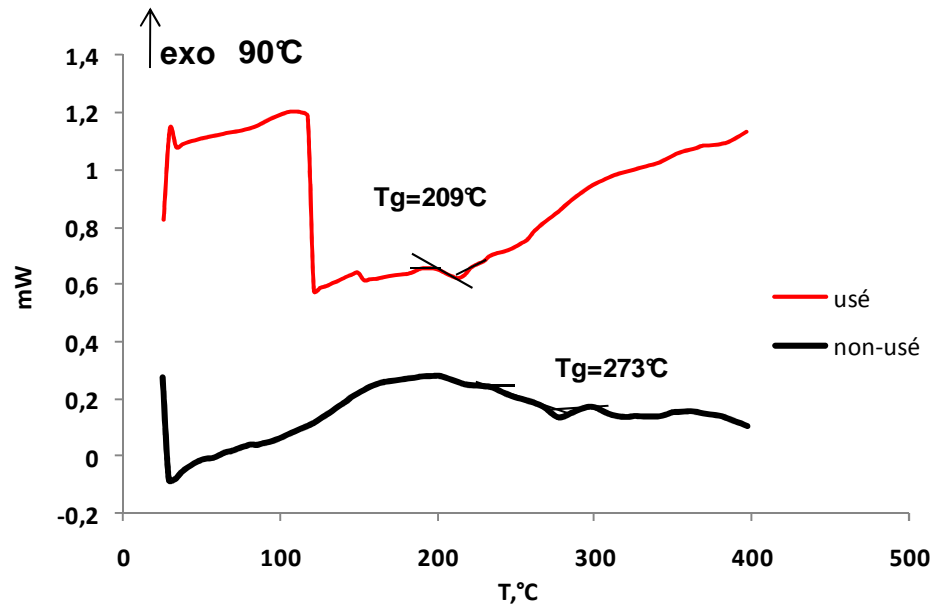
Fig. IV-21 : Evolution du flux thermique en fonction de la température obtenue par DSC : présence de l'eau dans la trace du fretting avec le troisième corps à la température ambiante ( $V=20^\circ\text{C}/\text{min}$ ,  $m=1\text{mg}$ ).



(a)



(b)



(c)

Fig. IV-22: Evolution du flux thermique en fonction de la température obtenue par DSC : comparaison des traces du fretting de 20°C et 90°C avec les éprouvettes brutes de livraison de 20°C et 90°C ( $V = 20^\circ\text{C}/\text{min}$ ,  $m = 1\text{mg}$ ) : a) traces du fretting de 20°C et 90°C ; b) comparaison de trace d'usure à 20°C avec l'éprouvette brute de livraison de 20°C ; c) comparaison de trace d'usure à 90°C avec l'éprouvette brute de livraison de 90°C

Deux principales conclusions peuvent être déduites de ces résultats. Premièrement, l'analyse de la matière extraite des traces de fretting met en évidence un pic endothermique très large (fig. IV-21). Ce pic est caractéristique d'un phénomène d'évaporation de l'eau correspondant à un premier balayage à 80 °C. Le deuxième balayage confirme cette hypothèse par l'absence de ce pic (fig. IV-21). En revanche, l'évaporation de l'eau n'est pas détectée pour un essai de fretting à 90°C (fig. IV-22). Il est probable que la présence de l'eau dans la trace du fretting à la température ambiante favorise l'adhérence des débris de polymère, et favorise la formation d'une couche homogène de troisième corps. En outre, l'analyse DSC montre que par rapport aux éprouvettes brutes de livraison, la transition vitreuse mesurée dans les traces du fretting est déplacée vers de plus basses températures (209 °C) par rapport à la température mesurée pour les polymères bruts (midpoint) (fig. IV-22). Il est donc probable que le frottement engendre une rupture de certains ponts ou segments de chaîne du polymère probablement suite aux échauffements induits par le contact et surtout due aux sollicitations mécaniques locales imposées (entraînant une température de la mobilité moléculaire).

#### **IV.2.4. Synthèse**

Cette deuxième partie focalisée sur les processus d'usure nous a permis d'examiner le comportement en usure en fonction de la température de deux types de résines thermodurcissables BMI et RTM6. L'approche énergétique nous a permis de comparer l'évolution du volume d'usure en fonction de l'énergie dissipée cumulée. Les résines thermodurcissables montrent une évolution quasi bilinéaire. Cette évolution est liée à la formation d'une couche protectrice appelée troisième corps induisant une transition d'un régime d'usure élevé à un régime d'usure faible. La présence du troisième corps a été confirmée par l'analyse EDX. La résistance à l'usure de la résine BMI est plus importante que celle de la résine RTM6 dans l'intervalle de température 90-215°C. Cela est expliqué par la formation d'une couche qui, quoique instable, protège de l'usure les premiers corps. Dans le cas de la résine RTM6, la cinétique d'usure évolue d'une manière monotone due aux modifications des propriétés rhéologiques des débris qui empêche la formation d'un troisième corps. Ces travaux confirment donc que les cinétiques d'usure des résines RTM6 et BMI sont directement fonction des propriétés cohésives du troisième corps ainsi formé. L'analyse DSC a montré que le mécanisme de formation du troisième corps à la température ambiante est lié à la présence de l'eau qui en augmentant les propriétés cohésives entre les particules tend à former un lit de débris plus compact et plus protecteur. Lorsque l'on augmente la température ( $T > 90^{\circ}\text{C}$ ), l'eau s'évapore, les propriétés d'adhérence entre les débris diminuent et finalement le troisième corps devient moins stable.

#### **IV.3. CONCLUSION**

En se basant sur les résultats obtenus dans ce chapitre, la carte de réponse du contact BMI/100C6 pour les températures 20°C et 90°C est obtenue (fig. IV-23). Cette carte est constituée de trois domaines principaux : un domaine de non endommagement, un domaine de l'initiation et de propagation des fissures et un domaine d'usure. La zone de non endommagement ne varie presque pas pour les deux températures. Les mécanismes d'amorçage et de la propagation des fissures apparaissent peu dépendant de la force normale appliquée. Le domaine de fissuration est situé notamment dans les régimes de glissement partiel et mixte. En revanche, le régime de glissement total favorise le phénomène d'usure, et la formation d'une couche protectrice (troisième corps). Notre étude montre que pour les



faibles forces appliquées (< 120N) le troisième corps ne se forme pas, alors que pour les forces supérieures à 120N on l'observe à la température ambiante.

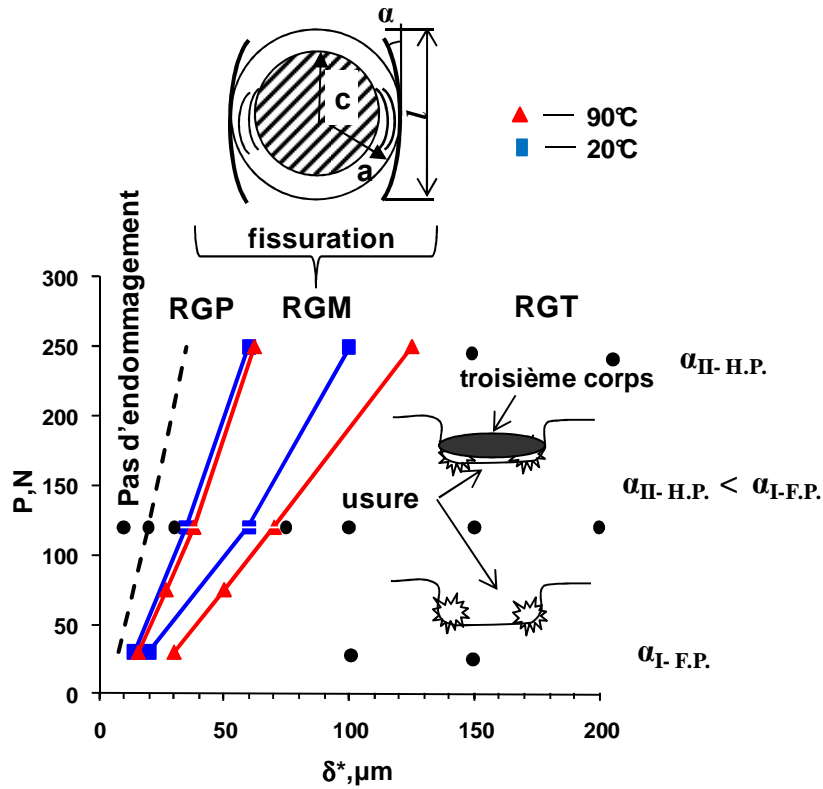


Fig. IV-23 : Carte de réponse du matériau de la résine BMI ( $\alpha_{II-H.P}$  – coefficient énergétique, correspondant à haute pression,  $\alpha_{I-F.P}$  - coefficient énergétique, correspondant à faible pression)

# CHAPITRE V

## COMPORTEMENT EN FRETTEMENT DU COMPOSITE HEXTOOL™

*Dans ce dernier chapitre l'influence du renfort sur la loi de frottement et de l'usure sera présentée. L'influence de la température, des différentes conditions de charge, de la durée de l'essai, de l'amplitude de débattement, ainsi que des différents d'états de surface et d'humidité seront considérés dans l'analyse d'usure de composite. En se basant sur les résultats obtenus, à la fin de ce chapitre la carte de réponse du matériau pour le composite HexTOOL™ sera établie.*

## *Sommaire*

---

<i>CHAPITRE V : COMPORTEMENT EN FRETTING DU COMPOSITE HEXTOOL™</i> .....	153
<i>V.1. EVOLUTION DU COEFFICIENT DE FROTTEMENT</i> .....	154
<i>V.1.1. Influence de l'orientation des fibres sur l'évolution du coefficient de frottement à température ambiante</i> .....	155
<i>V.1.2. Influence de la température et de la force appliquée sur l'évolution de COF</i> .....	158
<i>V.1.3. La loi de frottement du composite</i> .....	163
<i>V.2. INFLUENCE DE L'ANTAGONISTE 100C6 SUR L'USURE DE COMPOSITE HEXTOOL™</i> .....	164
<i>V.3. INFLUENCE DE L'ORIENTATION DES FIBRES SUR L'USURE POUR DIFFERENTES TEMPERATURES</i> .....	166
<i>V.4. INFLUENCE DE L'EAU ET L'ETAT DE SURFACE SUR LA CINETIQUE D'USURE DE COMPOSITE HEXTOOL™</i> .....	180
<i>V.4.1. Influence de l'état de surface du composite HexTOOL™ vis-à-vis de l'usure.....</i>	180
<i>V.4.2. Influence de l'eau sur l'évolution de l'usure du composite</i> .....	184
<i>V.5. CONCLUSION</i> .....	189

---

### **V.1. EVOLUTION DU COEFFICIENT DE FROTTEMENT**

Comme montré dans la chapitre II, le composite HexTOOL™ a une structure complexe. Les mèches de ces fibres sont dispersées aléatoirement ce qui lui confère un comportement quasi-isotrope à l'échelle macroscopique. En revanche, comme le fretting est une sollicitation locale, il est probable qu'un comportement anisotrope soit observé. En effet, les mèches de fibres ont une dimension de 8 x 50 mm, on doit donc prendre en compte les orientations locales des fibres en surface pour comprendre le comportement tribologique de ce matériau. C'est la raison pour laquelle les essais du fretting ont été menés sur les deux orientations extrêmes des fibres par rapport à la sollicitation (Fig. V-1):

- Orientation parallèles, notée  $O_{//}$ , quand les fibres sont parallèles à la direction de glissement.
- Orientation perpendiculaire, notée  $O_{\perp}$ , quand les fibres sont perpendiculaires à la direction de glissement.

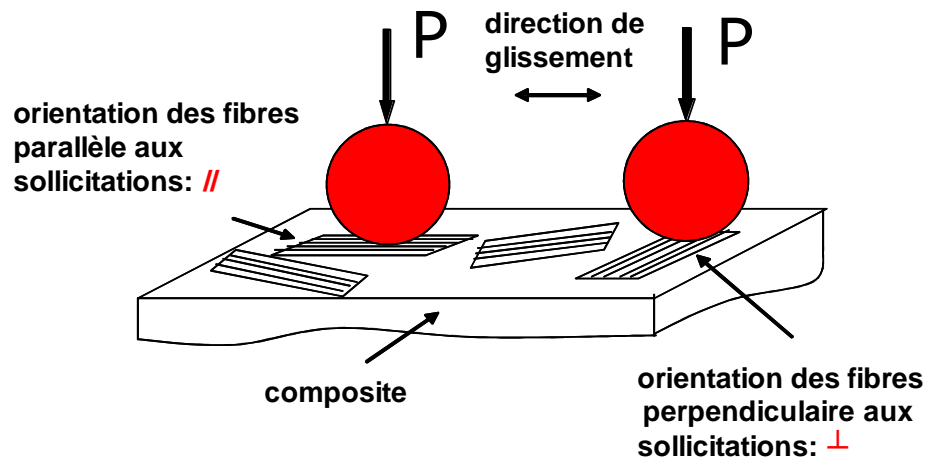


Fig. V-1: Choix de l'orientation des fibres pour les essais du fretting

### V.1.1. Influence de l'orientation des fibres sur l'évolution du coefficient de frottement à température ambiante

La figure V-2 montre l'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles (trois essais pour chaque condition) pour chaque orientation de fibres ( $O_{//}$  et  $O_{\perp}$ ) et pour différentes forces normales : 30N, 120N, 250N et 350N. Le coefficient de frottement est défini comme le ratio  $Q^*/P$ , où  $Q^*$  est l'amplitude de la force tangentielle. Pour les conditions de charge considérée, le coefficient de frottement augmente progressivement jusqu'à une valeur maximale (période de transition) puis diminue pour se stabiliser après un certain nombre de cycles. La période de transition correspond à une forte dégradation et dispersion des zones d'adhérences, qui génèrent les premiers débris, en formant avec le temps une couche de troisième corps et par conséquent, la mise en place du régime stabilisé [25]. Une forte augmentation du coefficient de frottement après les premiers 6000 cycles pour l'orientation  $O_{//}$  et 9000 cycles pour l'orientation  $O_{\perp}$  correspond à l'adhérence de la bille d'acier (100Cr6) sur le composite ainsi qu'au transfert de matière entre la bille et le composite. Le régime stabilisé a été observé seulement dans le cas du composite avec l'orientation  $O_{//}$  à partir de 60000 cycles pour tous les niveaux de charges considérées. Les valeurs de coefficient de frottement pour l'orientation  $O_{//}$  sont plus faibles que celles de l'orientation  $O_{\perp}$  pour toutes les forces normales appliquées. Pour l'orientation  $O_{\perp}$  le coefficient de frottement évolue d'une manière instable. Toutefois, pour les forces normales

de 250N et 350N, le coefficient de frottement atteint sa valeur stabilisée qu'à la fin de l'essai (à partir de 70000 cycles).

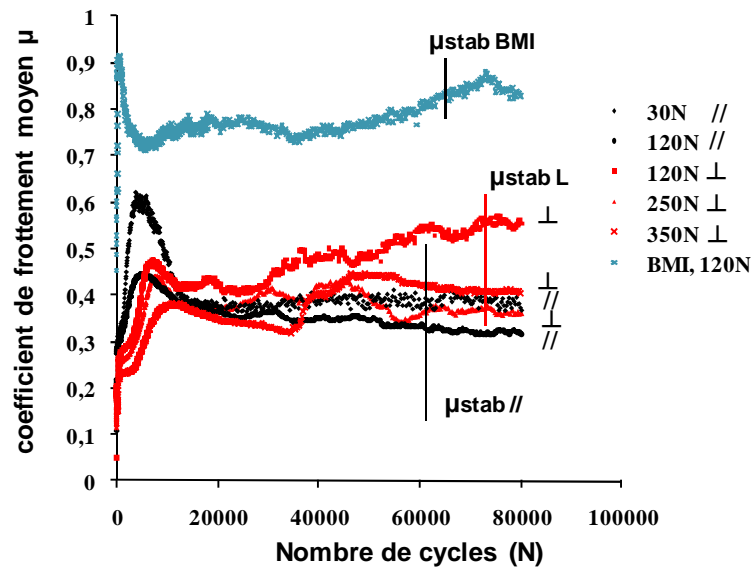


Fig. V-2: Evolution du coefficient de frottement de composite HexTOOL™ en fonction du nombre de cycles selon les orientations des fibres par rapport à la direction de glissement ( $O_{\perp}$  et  $O_{//}$ ) pour différentes forces normales à température ambiante ( $\delta^* = \pm 50\mu\text{m}$ ).

La comparaison de l'évolution du coefficient de frottement du composite HexTOOL™ avec celui de la résine BMI montre que cette dernière a un coefficient de frottement plus élevé, et ce quelle que soit la charge appliquée et l'orientation des fibres du composite.

Afin d'expliquer l'instabilité du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles en particulier pour l'orientation  $O_{\perp}$ , on réalise une observation par microscopie électronique à balayage (MEB) des différents essais réalisés. La figure V-3 montre clairement l'effet de l'augmentation de la charge sur l'accélération de l'usure, et confirme la formation d'un lit de débris constitué d'un mélange de métal-composite piégés dans la trace (troisième corps). L'adhérence du troisième corps avec le composite est faible, par conséquent, ce dernier ne protège pas la surface du composite contre l'usure (fig. V-3 b et c). Cependant, pour les charges de 250N et 350N, on observe une diminution de la cinétique d'usure lorsque l'interface atteint un pli de fibres parallèles à la direction de glissement. Ceci explique pourquoi la valeur de coefficient de frottement dans le cas de l'application des charges élevées (250N et 350N) se stabilise et tend vers une valeur de coefficient de frottement,

correspondant à celui d'un composite dont les fibres sont orientées parallèlement à la direction de glissement (cf. fig. V-2). Ce résultat est dû au caractère spécifique du composite HexTOOL™. Pour les charges faibles, telles que 120N, le coefficient de frottement augmente parce que la charge n'est pas suffisante pour atteindre les fibres sous-jacentes parallèles à la direction de glissement du moins pour la durée de l'essai considéré. Cependant, si nous avons imposé une durée d'essai plus longue, il est probable qu'un phénomène similaire aurait été activé une fois le pli  $O_{//}$  atteint par l'interface.

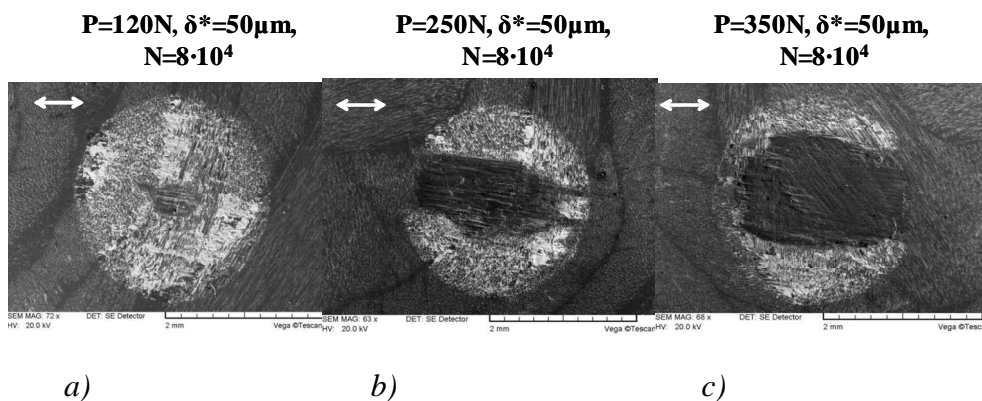


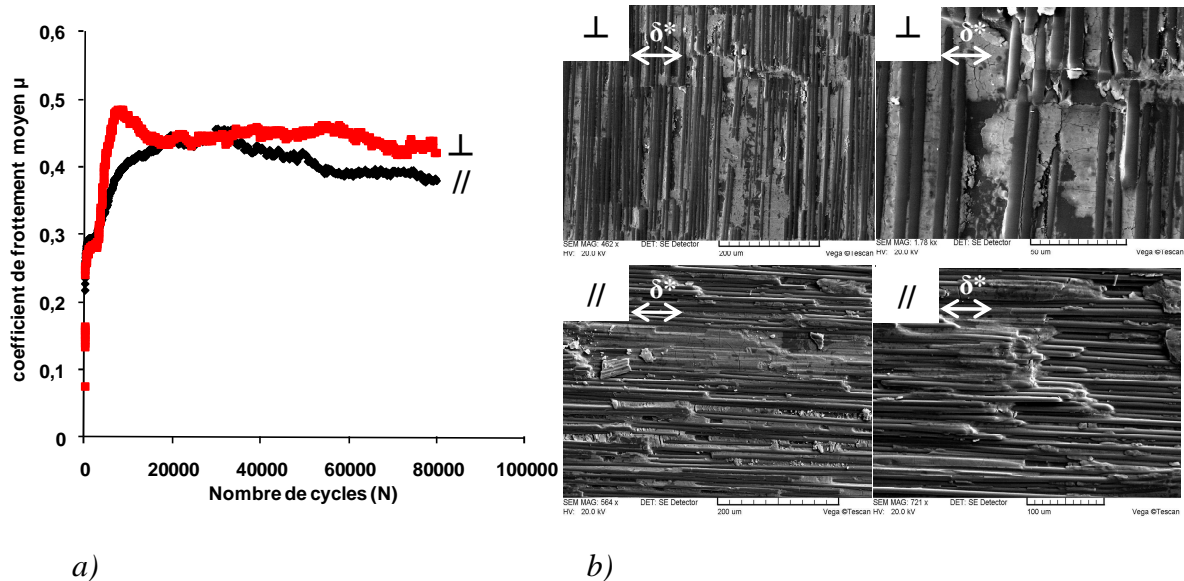
Fig. V-3 : Micrographie des traces d'usure observées au MEB du composite ayant des fibres perpendiculaires ( $O_{\perp}$ ) à la direction de glissement à température ambiante :

a)  $P=120N$ , b)  $P=250N$ , c)  $P=350N$

Plusieurs études ont montré que le matériau composite agit différemment suivant qu'il est sollicité parallèlement ou perpendiculairement à la direction des fibres (cf. chapitre I § 2.3). Pour mieux mettre en évidence l'influence de l'orientation des fibres sur l'évolution du COF, notre étude a porté dans un premier temps sur l'étude du composite unidirectionnel à matrice bismaléimide. La figure V-4a illustre l'évolution du coefficient de frottement moyen (cinq essais pour chaque condition) en fonction du nombre de cycles pour les deux orientations  $O_{\perp}$  et  $O_{//}$  dans les mêmes conditions appliquées au composite HexTOOL™ :  $P = 120N$ ,  $\delta^* = \pm 50\mu m$ ,  $N = 8 \cdot 10^4$  cycles. Comme dans le cas du composite HexTOOL™, le COF selon l'orientation  $O_{\perp}$  est plus élevé que dans le cas de l'orientation  $O_{//}$  de l'ordre de 12%.

La figure V-4b montre les traces d'usure du composite unidirectionnel (UD) observées par MEB pour les orientations  $O_{//}$  et  $O_{\perp}$ . Dans le cas de l'orientation  $O_{\perp}$

l'endommagement du composite s'effectue par rupture et fragmentation des fibres alors que pour l'orientation  $O_{//}$  il est caractérisé par des bandes de cisaillement.



a) Evolution du coefficient de frottement moyen de composite UD (BMI) unidirectionnel en fonction du nombre de cycles selon les orientations des fibres par rapport à la direction de glissement ( $O_{\perp}$  et  $O_{//}$ ) ( $P=120N$ ,  $\delta^*=\pm 50\mu m$ ,  $n=80000$  cycles) à la température ambiante ; b) Observation par MEB des traces d'usure selon les deux orientations des fibres ( $O_{\perp}$  et  $O_{//}$ )

### V.1.2. Influence de la température et de la force appliquée sur l'évolution de COF

Dans la suite de ce chapitre nous présenterons les résultats relatifs au comportement tribologique du composite HexTOOL™. La figure V-5 et la figure V-6 montrent les évolutions de coefficient de frottement moyen en fonction du nombre de cycles pour les deux orientations ( $O_{\perp}$  et  $O_{//}$ ) à 90°C et 190°C et pour différents chargements (forces normales). Quelles que soient les orientations choisies le coefficient de frottement moyen est stable pendant 20000 cycles à 90°C (fig. V-5) et 10000 cycles à 190°C (fig. V-6). Plus la force normale appliquée est élevée, moins le coefficient de frottement est important. On constate que le coefficient de frottement associé à l'orientation  $O_{//}$  est toujours plus faible que celui associé à l'orientation  $O_{\perp}$  quelque soit la température appliquée.

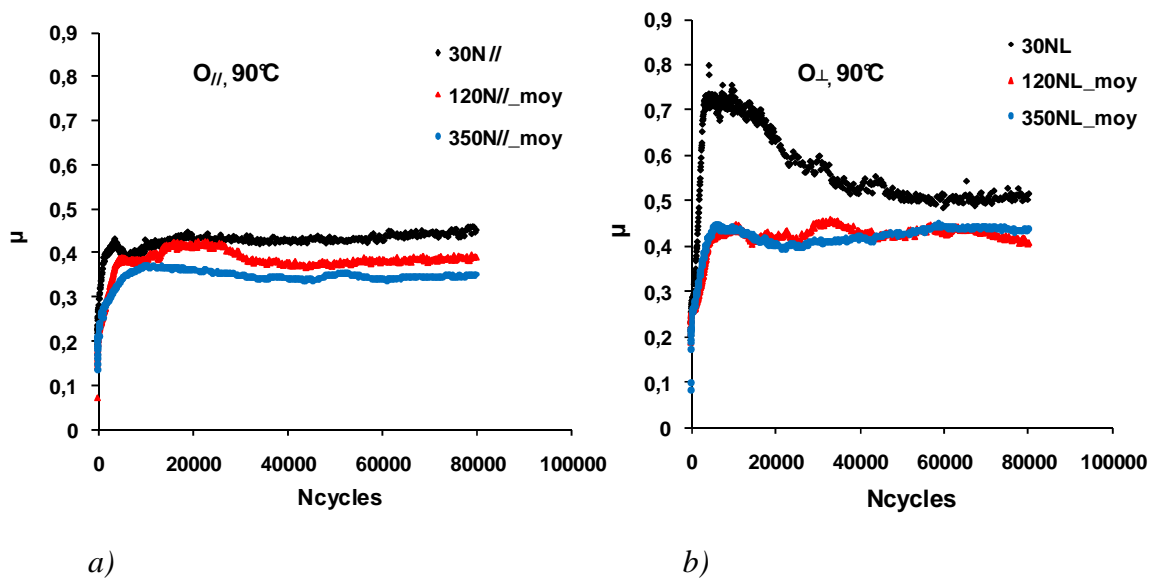


Fig. V-5 : Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles ( $N$ ).

Définition du coefficient de frottement stabilisé du composite HexTOOL<sup>TM</sup> dans le régime de glissement total (RGT) à  $90^{\circ}\text{C}$  pour différentes forces normales appliquées ( $P=30-350\text{N}$ ,  $\delta^* = \pm 50\mu\text{m}$ ,  $n = 80000\text{cycles}$ ) : a) orientation des fibres parallèlement à la direction de glissement ( $O_{//}$ ) ; b) orientation des fibres perpendiculairement à la direction de glissement ( $O_{\perp}$ )

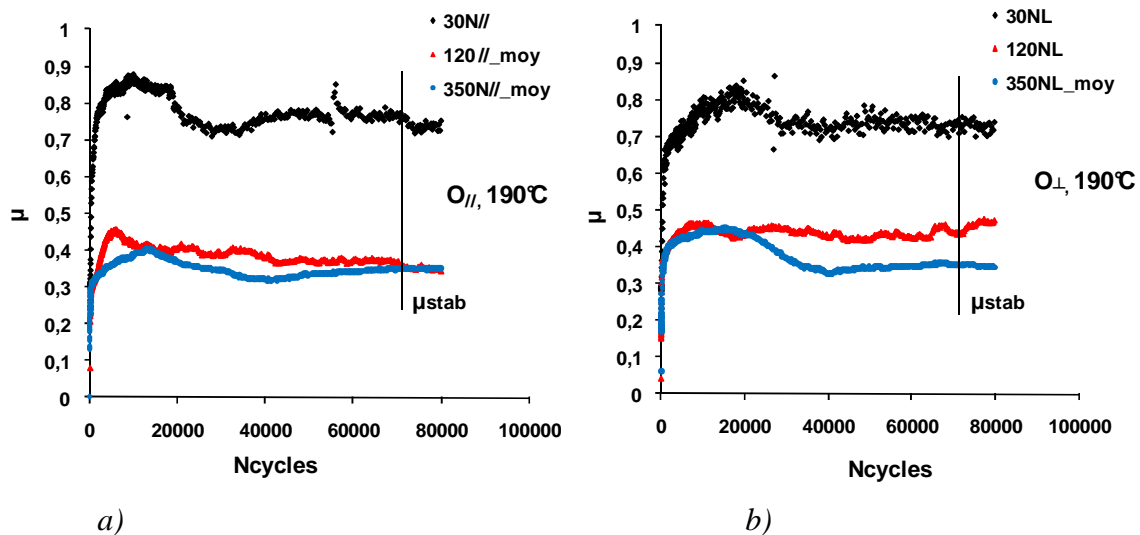


Fig. V-6 : Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles ( $N$ ).

Définition du coefficient de frottement stabilisé de composite HexTOOL<sup>TM</sup> dans le régime de glissement total (RGT) à  $190^{\circ}\text{C}$  pour différentes forces normales appliquées ( $P=30-350\text{N}$ ,  $\delta^* = \pm 50\mu\text{m}$ ,  $n = 80000\text{cycles}$ ) : a) orientation des fibres parallèlement à la direction de glissement ( $O_{//}$ ) ; b) orientation des fibres perpendiculairement à la direction de glissement ( $O_{\perp}$ )



Afin de mieux comprendre l'évolution de COF en fonction de la température pour les deux orientations, nous avons fixé nos conditions expérimentales comme suit :  $P=120N$ ,  $n=80000$  cycles,  $\delta^* = \pm 50\mu m$ . Le coefficient de frottement stabilisé est défini par la moyenne de la valeur du coefficient de frottement au cours des derniers 5000 cycles pour l'orientation  $O_{//}$  et 10000 cycles pour l'orientation  $O_{\perp}$  (fig. V-7).

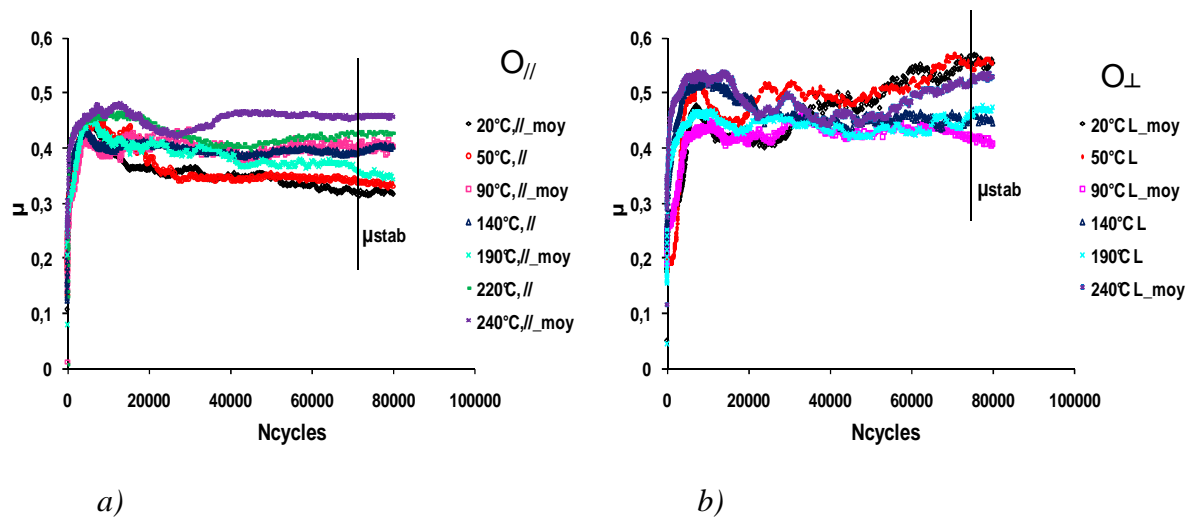


Fig. V-7 : Evolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles ( $N$ ).

Définition du coefficient de frottement stabilisé de composite HexTOOL™ dans le régime de glissement total pour différentes températures [20°C-240°C] pour les conditions de référence ( $P=120N$ ,  $\delta^* = \pm 50\mu m$ ,  $n = 80000$  cycles) : a) orientation des fibres parallèlement à la direction de glissement ( $O_{//}$ ); b) orientation des fibres perpendiculairement à la direction de glissement ( $O_{\perp}$ )

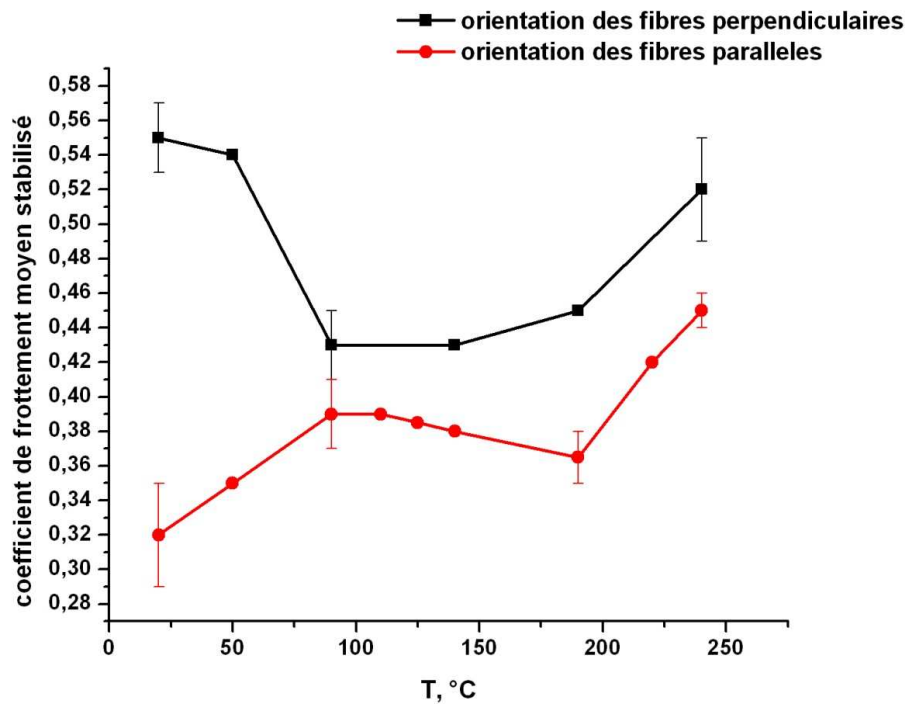


Fig. V-8: Evolution de coefficient de frottement stabilisé en fonction de la température [20°C-240°C] pour différentes orientations des fibres ( $O_{//}$  et  $O_{\perp}$ ) dans les conditions de test de référence ( $P=120N$ ,  $\delta^*=\pm 50\mu m$ ,  $n= 80000$  cycles).

La figure V-8 montre que le coefficient de frottement moyen stabilisé varie différemment en fonction de la température (jusqu'à 190°C) selon l'orientation choisie ( $O_{//}$  et  $O_{\perp}$ ). Cependant, à partir de 190°C, il augmente brutalement pour les deux orientations ( $O_{//}$  et  $O_{\perp}$ ). Le coefficient de frottement pour l'orientation  $O_{//}$  est toujours plus faible. Il varie de 0,32 à 0,44, alors que le coefficient de frottement de  $O_{\perp}$  varie de 0,55 à 0,52. La figure V-9 compare l'évolution du coefficient de frottement pour l'orientation  $O_{//}$  avec l'évolution de la  $\tan(\delta)$ . On observe une évolution assez similaire qui laisse à penser que l'évolution du coefficient de frottement suivant  $O_{//}$  est tributaire du comportement visqueux de la résine BMI. D'autre part, on rappelle que le coefficient de frottement BMI de l'ordre de 0,84 est très supérieur à celui de HexTOOL™  $O_{\perp}$  et encore plus de celui de l'HexTOOL™  $O_{//}$ . Pour comprendre ce comportement, on peut faire l'hypothèse que le coefficient de frottement de l'HexTOOL™  $O_{//}$  est en fait contrôlé par une interaction directe entre l'acier et les fibres orientées suivant le déplacement (effet de glissement suivant « Rail »). En effet, très rapidement la matrice sera refluée soit dans les zones intermédiaires entre les fibres, soit en dehors du contact. Comme mentionné dans la littérature, le coefficient de frottement entre les

fibres et l'acier est plus faible que celui opérant entre l'acier et la matrice. On explique ainsi que le coefficient de frottement HexTOOL™  $O_{//}$  soit plus faible que celui observé pour l'HexTOOL™  $O_{\perp}$ . En revanche, il est plus difficile d'expliquer l'influence du  $\tan \delta$  du BMI sauf à considérer le fait que la portance et donc la proportion d'aire de contact entre les fibres et l'acier est fonction de la réponse visqueuse de la matrice. En effet, plus la matrice a un  $\tan \delta$  élevée, plus les fibres vont s'enfoncer dans la matrice sous l'effet de la charge normale du contact. Cela va avoir pour conséquence d'augmenter l'interaction entre la résine et l'acier et donc d'augmenter le coefficient de frottement. On explique ainsi l'évolution quasiment parallèle entre la  $\tan \delta$  de la matrice BMI et le coefficient de frottement mesuré pour l'HexTOOL™  $O_{//}$ . Le comportement de l'HexTOOL™  $O_{\perp}$  est moins tributaire du glissement entre les fibres et l'acier. En effet, on assiste à une rupture généralisée des fibres en surface et un phénomène de « beurrage » par la résine. Ainsi, ce contact fait beaucoup plus intervenir la résine BMI, ce qui explique des valeurs de coefficient de frottement plus élevées. On retrouve une dépendance avec l'évolution de la  $\tan \delta$  au-dessus de 75 °C (évolution parallèle du coefficient de frottement entre  $O_{\perp}$  et  $O_{//}$ ). En revanche, au dessous de 75°C, le fait que  $\mu_{O_{\perp}}$  présente une évolution opposée à celle de  $\tan \delta$  (c.à.d. réduction de  $\mu$  avec la température) est plus difficile à interpréter.

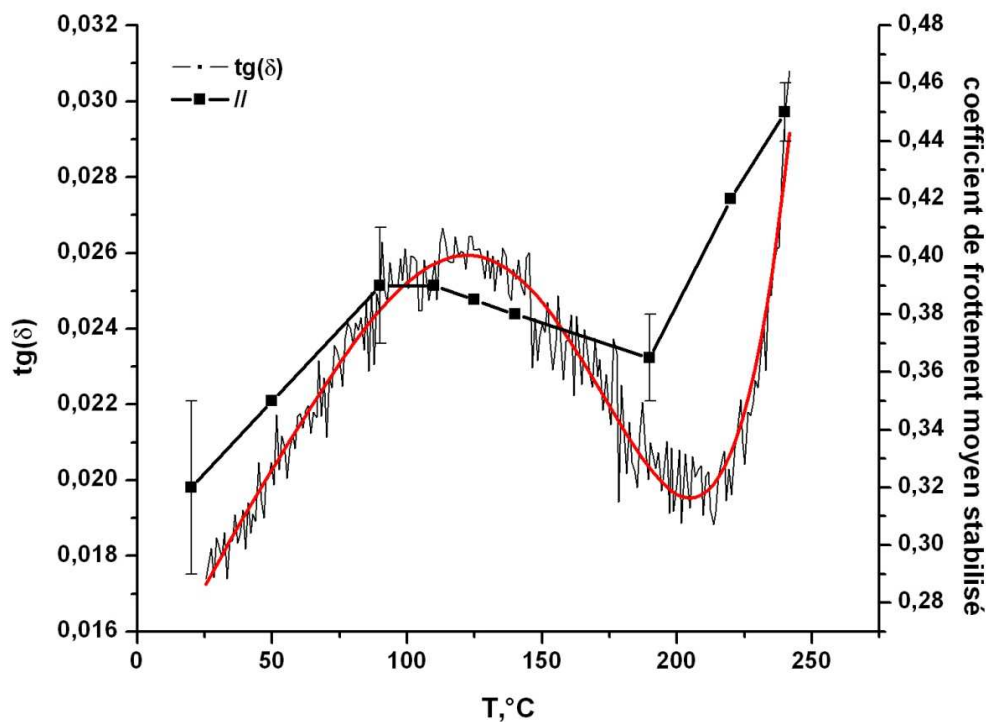


Fig. V-9: Evolution de coefficient de frottement moyen stabilisé pour  $O_{//}$  et la réponse visqueuse de la matrice BMI en fonction de la température

### V.1.3. La loi de frottement du composite

Il est possible de résumer les coefficients de frottement stabilisés  $\mu_{\text{stab}}$  par la loi Briscoe [122]. Cette relation met en évidence l'effet de la pression moyenne sur l'évolution du coefficient de frottement stabilisé. La figure V-10 présente l'évolution du coefficient de frottement moyen stabilisé  $\mu_{\text{stab}}$  en fonction de l'inverse de la pression moyenne appliquée à la température de 20°, 90°C et 190°C pour les orientations  $O_{//}$  et  $O_{\perp}$ . La pente de ces courbes donne le coefficient de dépendance vis-à-vis de la pression  $\beta$  alors que l'intersection avec l'axe  $\mu_{\text{stab}}$  donne accès à la constante  $\mu_0$ . Les paramètres de la loi sont résumés dans le tableau V-1. L'effet de la pression sur le coefficient de frottement stabilisé  $\mu_{\text{stab}}$  est indépendant de la température dans la gamme de 20°C à 190°C mais aussi de l'orientation des fibres.

Les paramètres des lois obtenues pour ces trois températures sont résumés dans le tableau V-1.

Matériau	Orientation des fibres par rapport à la direction de glissement	T, °C	$\mu_0$	$\beta$ (MPa)		
				P=30N	P=120N	P=350N
HexTOOL™	parallèle	20	0,32	70	170	280
		90				
		190				
	perpendiculaire	20	0,32	50	90	180
		90				
		190				

Tab. V-1 : Paramètres de la loi de frottement d'un composite étudié

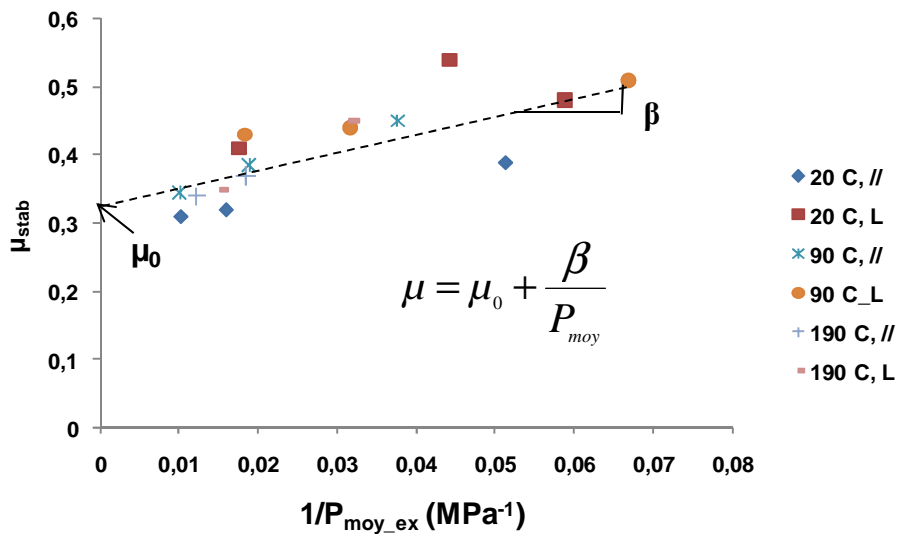


Fig. V-10 : Loi de frottement du contact sphère/plan (100Cr6/ composite HexTOOL™)

## V.2. INFLUENCE DE L'ANTAGONISTE 100C6 SUR L'USURE DU COMPOSITE HEXTOOL™

L'expertise des traces d'usure du composite HexTOOL™ révèle l'existence de débris de l'acier 100Cr6. L'analyse à la microsonde EDX faite sur ces débris montre l'existence des pics caractéristiques du fer et oxygène (fig. V-11) (le pic de l'or résulte de la dorure réalisée sur les échantillons). On pourra également observer des débris du composite dans les traces d'usure de l'acier 100Cr6 (fig. V-12).

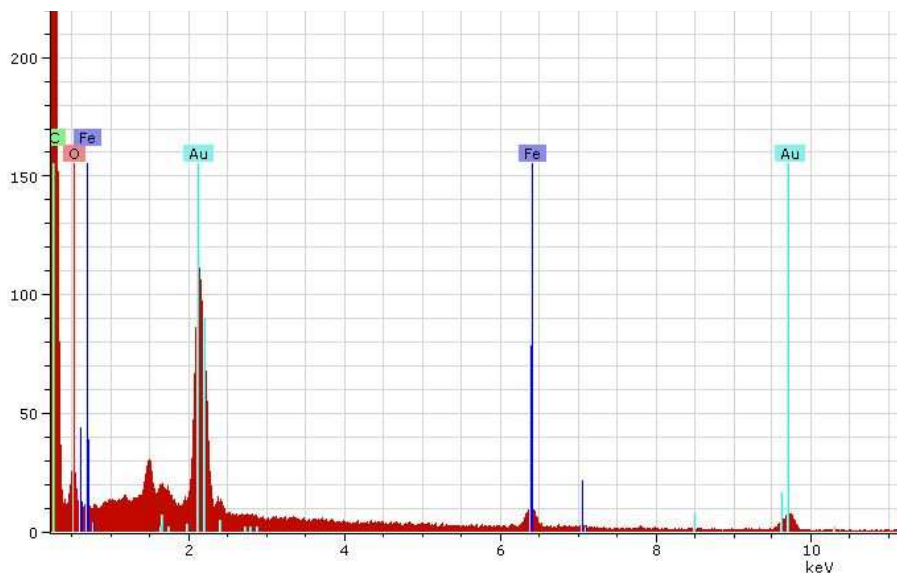


Fig. V-11 : Analyse à la microsonde EDX de débris d'acier 100Cr6 détectés dans la trace d'usure du composite HexTOOL™

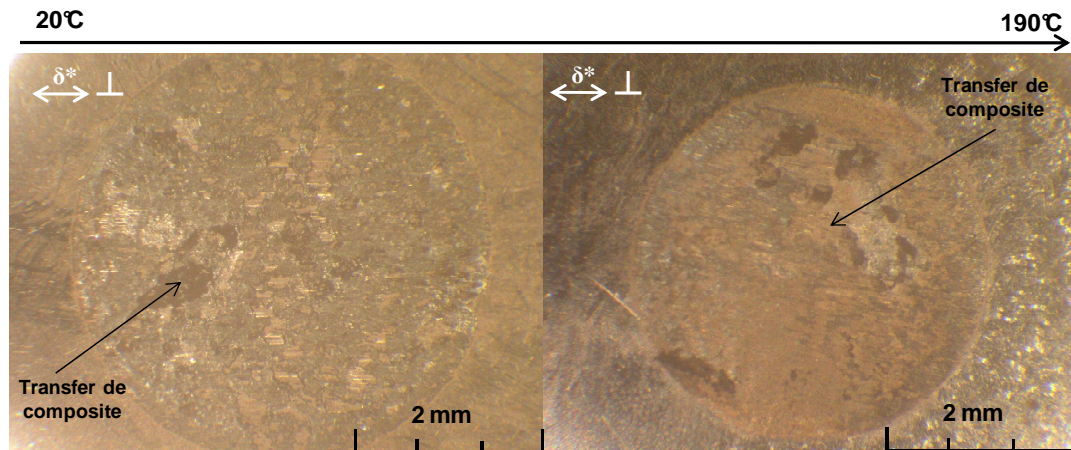


Fig. V-12 : Transfert de débris de composite sur la surface de l'antagoniste (acier 100Cr6) observé par une loupe binoculaire pour les températures 20°C et 190°C

Afin de savoir comment l'antagoniste influence l'usure du composite, le volume d'usure en fonction de nombre de cycles est tracé pour les deux orientations des fibres  $O_{//}$  et  $O_{\perp}$  (fig. V-13, V-14) à 20°C (fig. V-13a, V-14a) et 190°C (fig. V-13b, V-14b) ( $P=120N$ ,  $\delta^*=\pm 100\mu m$ ). Néanmoins il serait pertinent d'expliquer cette tendance vis-à-vis de l'acier. À 20°C la cinétique d'usure de l'acier 100Cr6 est deux fois plus faible que celle du composite  $O_{//}$  (fig. V-13a) et trois fois plus faible que celle du composite orienté  $O_{\perp}$  (fig. V-14a). A 190°C la cinétique d'usure de l'acier est environ 5 fois plus faible que celle de composite quelle que soit la direction ( $O_{//}$  et  $O_{\perp}$ ). Par conséquent, on peut négliger l'effet de l'acier dans l'étude de l'usure du composite.

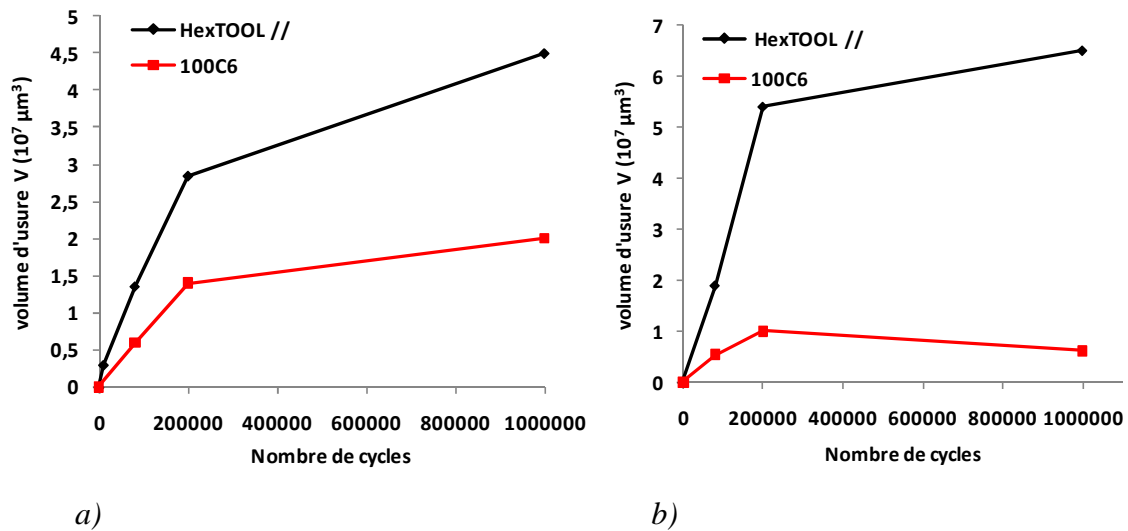


Fig. V-13 : Comparaison de l'évolution de l'usure de l'acier 100Cr6 par rapport au composite HexTOOL™  $O_{//}$  ( $P=120\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 100\mu\text{m}$ ) : a) 20°C ; b) 190°C

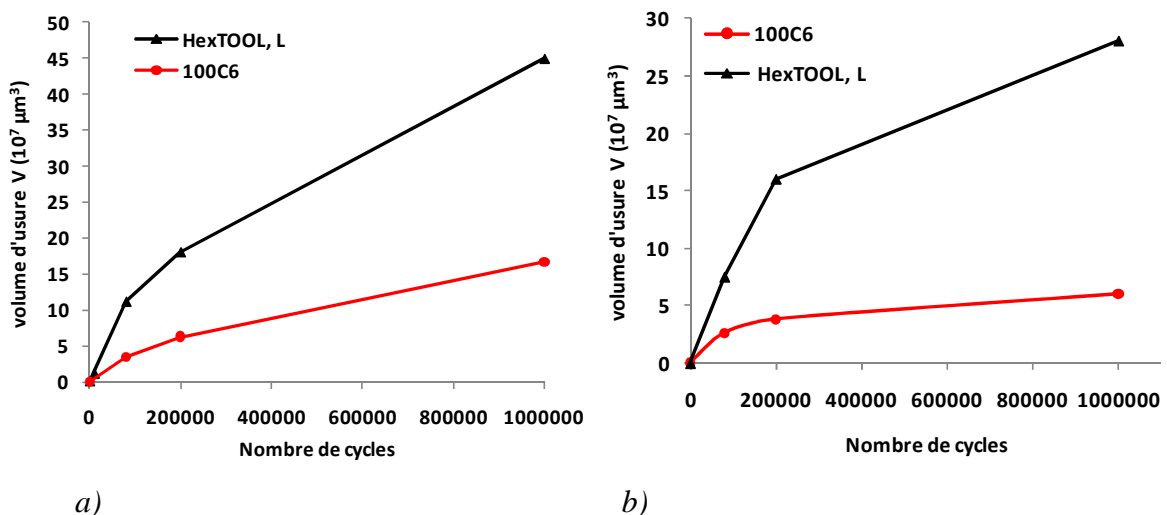


Fig. V-14 : Evolution de l'usure du contre corps de l'acier 100Cr6 par rapport au composite HexTOOL™  $O_{\perp}$  ( $P=120\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 100\mu\text{m}$ ) : a) 20°C ; b) 190°C

### V.3. INFLUENCE DE L'ORIENTATION DES FIBRES SUR L'USURE POUR DIFFÉRENTES TEMPÉRATURES

L'approche énergétique est utilisée pour comprendre à quelle température la résistance à l'usure du composite étudié est maximale. Cette approche permet une comparaison entre le volume d'usure et le travail dissipé dans l'interface [52]- [24].

Le phénomène d'usure est observé sous condition de glissement total [26] (cf. la fig. III- 21).

La figure V-15 montre l'évolution du volume d'usure en fonction de l'énergie dissipée cumulée pour différentes températures et orientations des fibres ( $O_{//}$  et  $O_{\perp}$ ). Pour chaque température une corrélation linéaire presque parfaite du volume d'usure avec l'énergie dissipée est observée. Ces tendances linéaires permettent donc d'identifier le coefficient énergétique d'usure ( $\alpha$ ):

$$\alpha = \frac{\Delta V}{\Delta \sum E_d} \quad (V-4)$$

Les coefficients énergétiques d'usure sont reportés dans le tableau V-2 pour chaque température et les deux orientations des fibres.

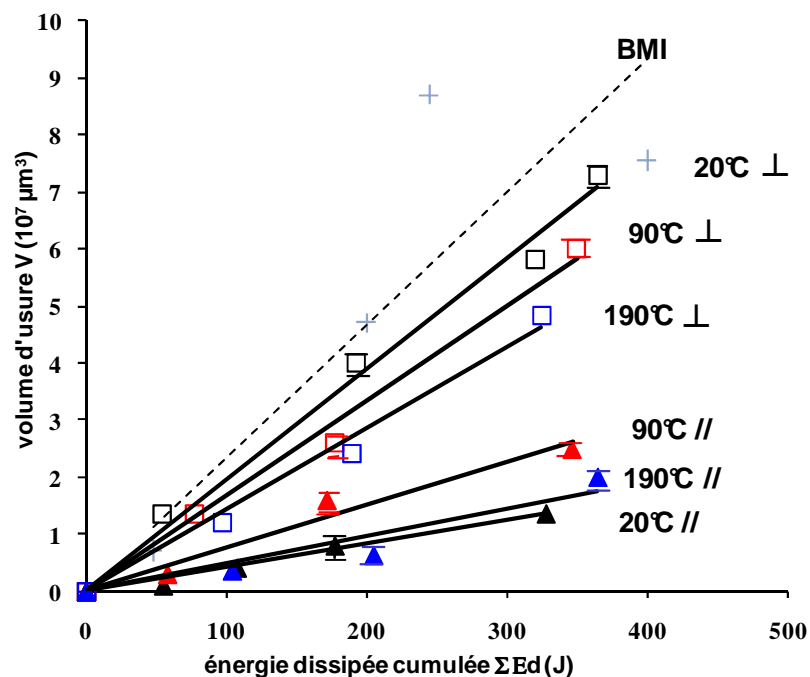


Fig. V-15: Evolution du volume d'usure en fonction de l'énergie dissipée accumulée à 20 ° C, 90 ° C et 190 ° C pour l'orientation des fibres parallèles et perpendiculaires à la direction de sollicitation.

En comparant la cinétique d'usure du composite avec celle de sa matrice BMI, on remarque que cette dernière a tendance d'être plus élevée.



T, °C	$\alpha_{\perp}$ , J/ $\mu\text{m}^3$	$\alpha_{//}$ , J/ $\mu\text{m}^3$
20	194000	41000
90	166000	76000
190	142000	48000

*Tab. V-2: Coefficient énergétique d'usure de composite HexTOOL™ pour chaque température appliquée*

Nos résultats montrent que l'usure du composite  $O_{\perp}$  diminue avec l'augmentation de la température (jusqu'à 190 °C) mais reste supérieur à celui du composite ayant une orientation  $O_{//}$ . En revanche, la cinétique d'usure d'un composite  $O_{//}$  est plus faible à température ambiante qu'à températures plus élevées. À 190°C, le volume d'usure est de  $2 \cdot 10^7 \mu\text{m}^3$ , alors qu'à 90°C il vaut  $2,5 \cdot 10^7 \mu\text{m}^3$ . Comme pour l'évolution du coefficient de frottement nous verrons que cette évolution est fonction de l'évolution du  $\tan \delta$  et plus directement de la proportion de portance entre les interactions fibre/Acier et BMI/acier. La figure V-16 illustre quelques exemples de la topographie 3D d'usure des ces orientations à 25°C, 90°C et 190°C, réalisée à l'aide du profilomètre Veeco.

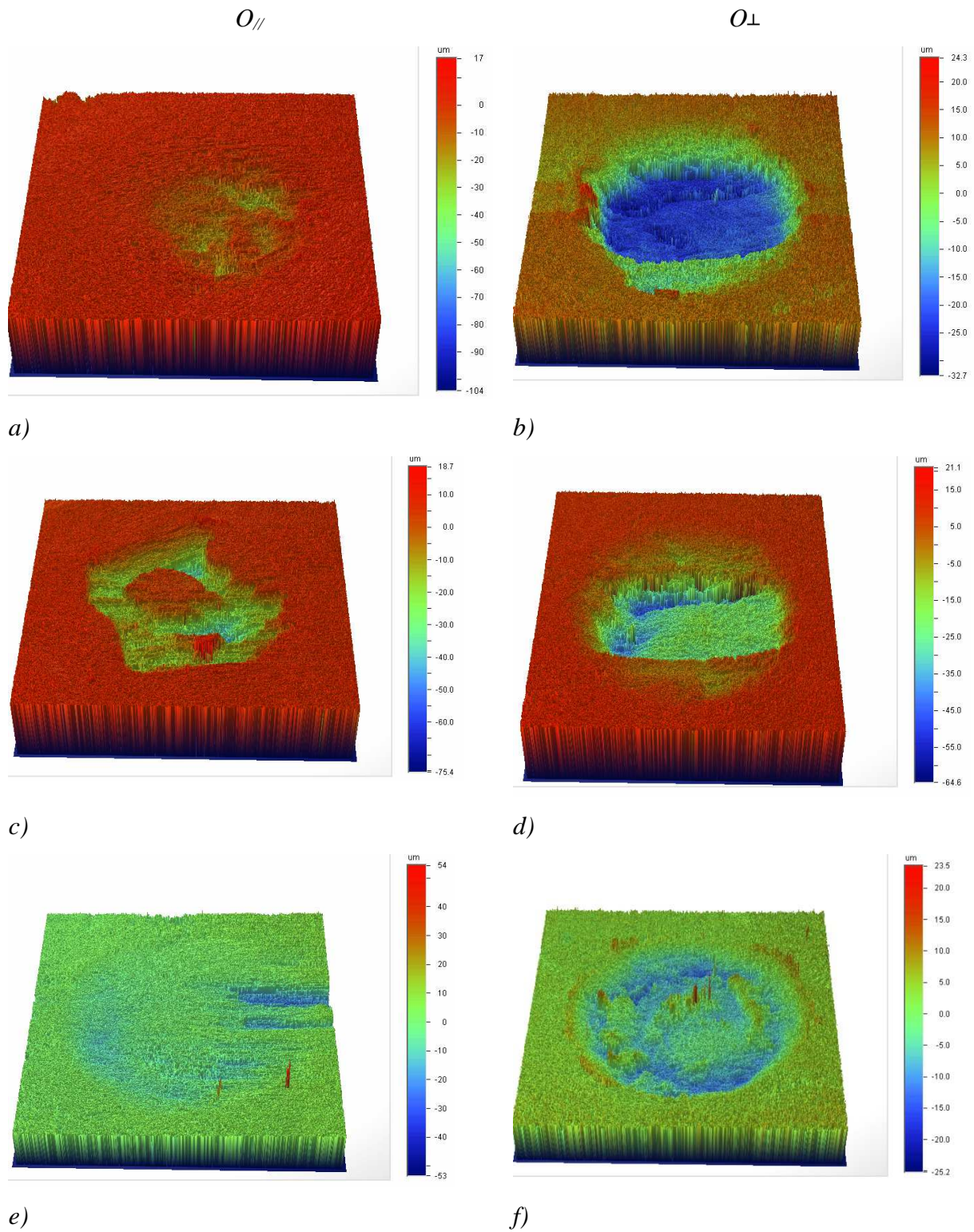


Fig. V-16 : Topographie 3D des surfaces d'usure du composite réalisée par un profilomètre Veeco ( $P=350\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 50\ \mu\text{m}$ ,  $n=80000$  cycles): a)  $O_{//}$ ,  $T=25^{\circ}\text{C}$ ; b)  $O_{\perp}$ ,  $T=25^{\circ}\text{C}$ ; c)  $O_{//}$ ,  $T=90^{\circ}\text{C}$ ; d)  $O_{\perp}$ ,  $T=90^{\circ}\text{C}$ ; e)  $O_{//}$ ,  $T=190^{\circ}\text{C}$ ; f)  $O_{\perp}$ ,  $T=190^{\circ}\text{C}$

Pour étudier de manière plus précise l'effet de la température sur le volume d'usure, nous avons choisi par la suite d'analyser une seule configuration de charge :  $P = 120\text{N}$ ,  $N = 8 \cdot 10^4$  cycles et  $\delta^* = \pm 50\mu\text{m}$ . La figure V-17 et 18 montrent l'évolution du volume d'usure en fonction de la température déterminée pour les deux orientations des fibres  $O_{//}$  et  $O_{\perp}$ .

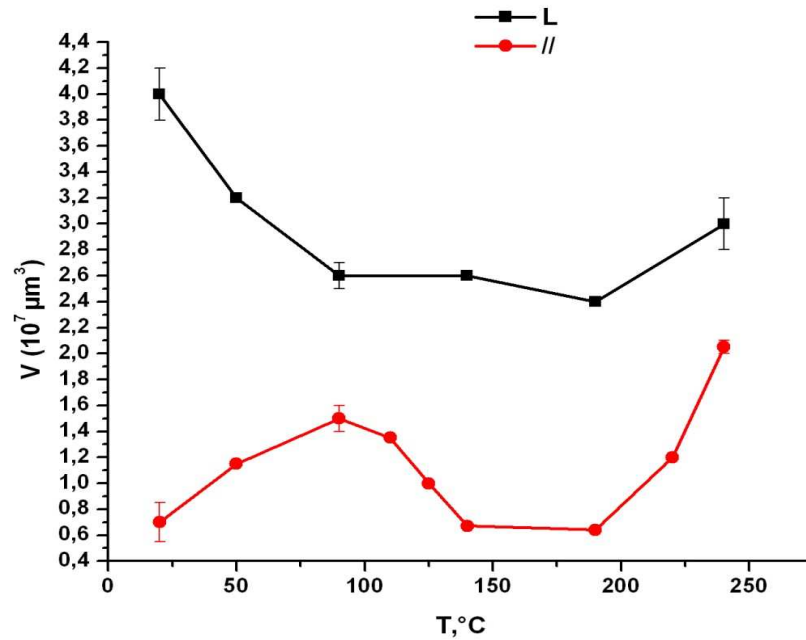


Fig. V-17: Evolution du volume d'usure en fonction de la température pour l'orientation des fibres parallèles et perpendiculaires ( $O_{//}$  et  $O_{\perp}$ ) ( $P=120\text{N}$ ,  $\delta^*=\pm 50\mu\text{m}$ ,  $n=80000$ cycles).

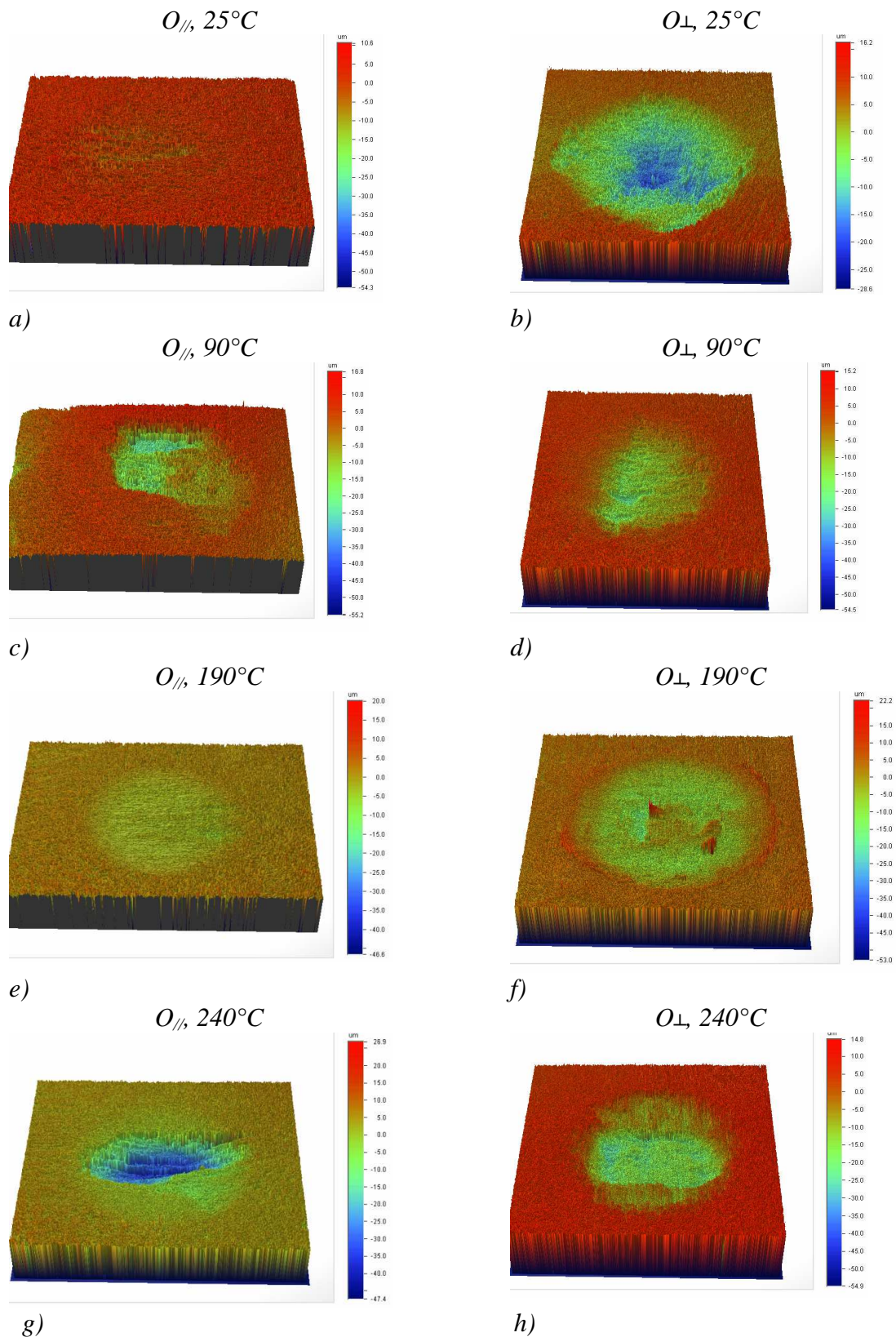


Fig. V-18 : Profils 3D des traces d'usure ( $P=120N$ ,  $\delta^*=\pm 50 \mu m$ ,  $n = 80000$  cycles): a)  $O_{//}$ ,  $T=25^{\circ}C$ ; b)  $O_{\perp}$ ,  $T=25^{\circ}C$ ; c)  $O_{//}$ ,  $T=90^{\circ}C$  ; d)  $O_{\perp}$ ,  $T=90^{\circ}C$  ; e)  $O_{//}$ ,  $T=190^{\circ}C$  ; f)  $O_{\perp}$ ,  $T=190^{\circ}C$  ; g)  $O_{//}$ ,  $T=240^{\circ}C$  ; h)  $O_{\perp}$ ,  $T=240^{\circ}C$

Le volume d'usure est toujours plus élevé pour la configuration  $O_{\perp}$ . Jusqu'à  $190^{\circ}\text{C}$ , le volume d'usure diminue dans le cas de l'orientation  $O_{\perp}$ , alors que pour l'orientation  $O_{//}$  il passe par un maximum avant de diminuer. Ensuite, on observe une augmentation du volume d'usure dans les deux cas. Afin de mieux comprendre l'évolution du volume d'usure en fonction de la température pour chaque orientation, des observations en microscopie électronique à balayage (MEB) complétées dans certains cas par des analyses EDX ont été réalisées. Dans le cas  $O_{\perp}$ , les fibres sont soumises à des flexions répétées qui entraînent des ruptures de celles-ci, et la décohésion fibre/matrice. Ceci induit la formation de débris, et la création d'un troisième corps (fig. V-19). Avec la température, le troisième corps s'homogénéise (fig. V-19a et V-19b), d'où la diminution du volume d'usure, puis avec des températures plus élevées, la quantité de troisième corps présent dans l'interface diminue (fig. V-19c et V-19d), ce qui favorise l'usure des premiers corps.

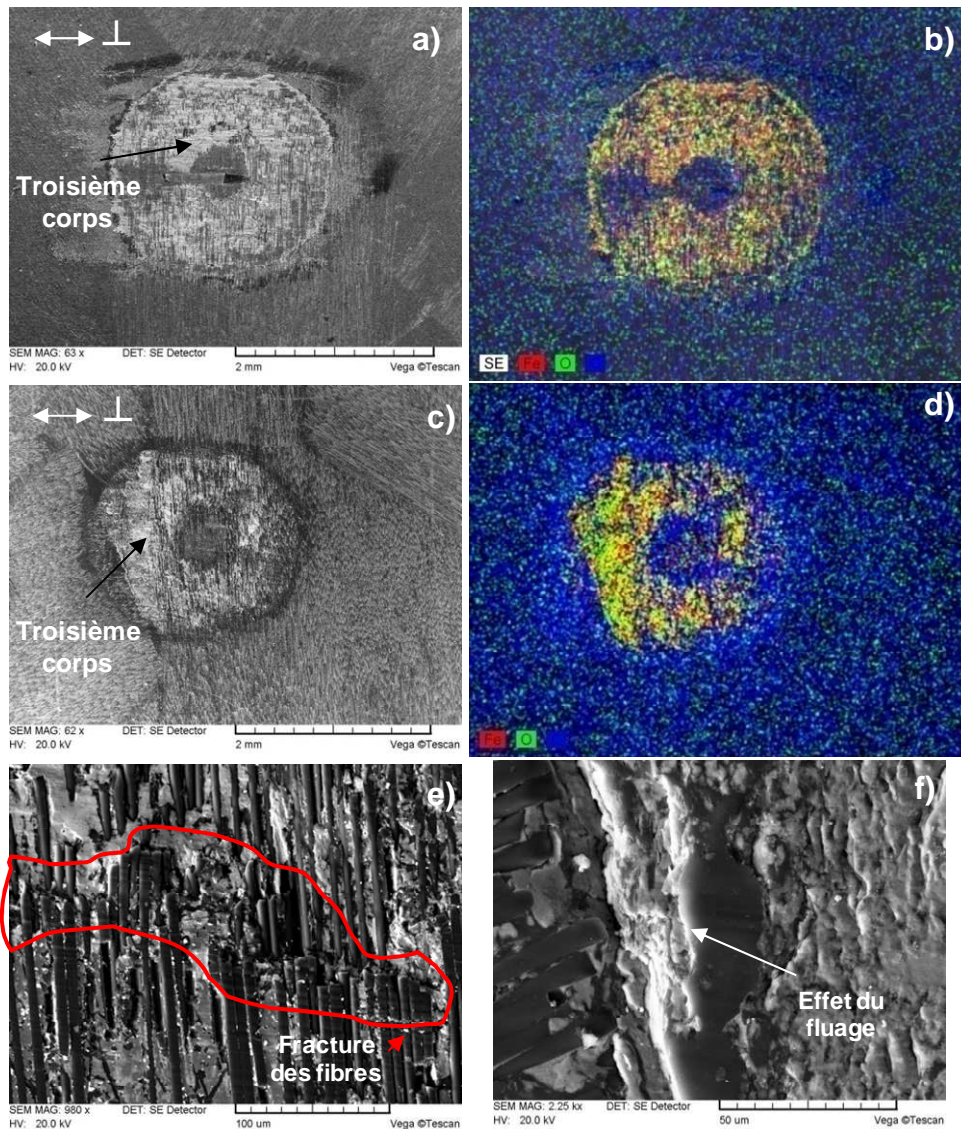


Fig. V-19: Observation des traces d'usure au MEB et EDX des composites dont les fibres sont orientées perpendiculairement à la direction de glissement pour les températures 190°C (a et b) et 240 °C (c et d). Fracture des fibres (e) et effet de fluage (f) détecté par MEB à 240°C.

Dans le cas  $O_{//}$ , la matrice joue un rôle prédominant (cisaillement de matrice), même si on observe une faible quantité de troisième corps, dont la composition est cependant majoritairement constitué de matrice, contrairement à l'orientation  $O_{\perp}$  (fig. V-20). Les observations par MEB des traces d'usure montrent que les principaux mécanismes d'endommagement dans cette configuration sont liés à la décohésion fibre/matrice à 20°C et 190°C (fig. V-20 a, b et fig. V-20 e, f) et à la fracture de la matrice à 90°C et 240°C (fig. V-20 c-d et fig. V-20 g-h). A 20 °C et 190 °C, l'endommagement du composite reste négligeable.

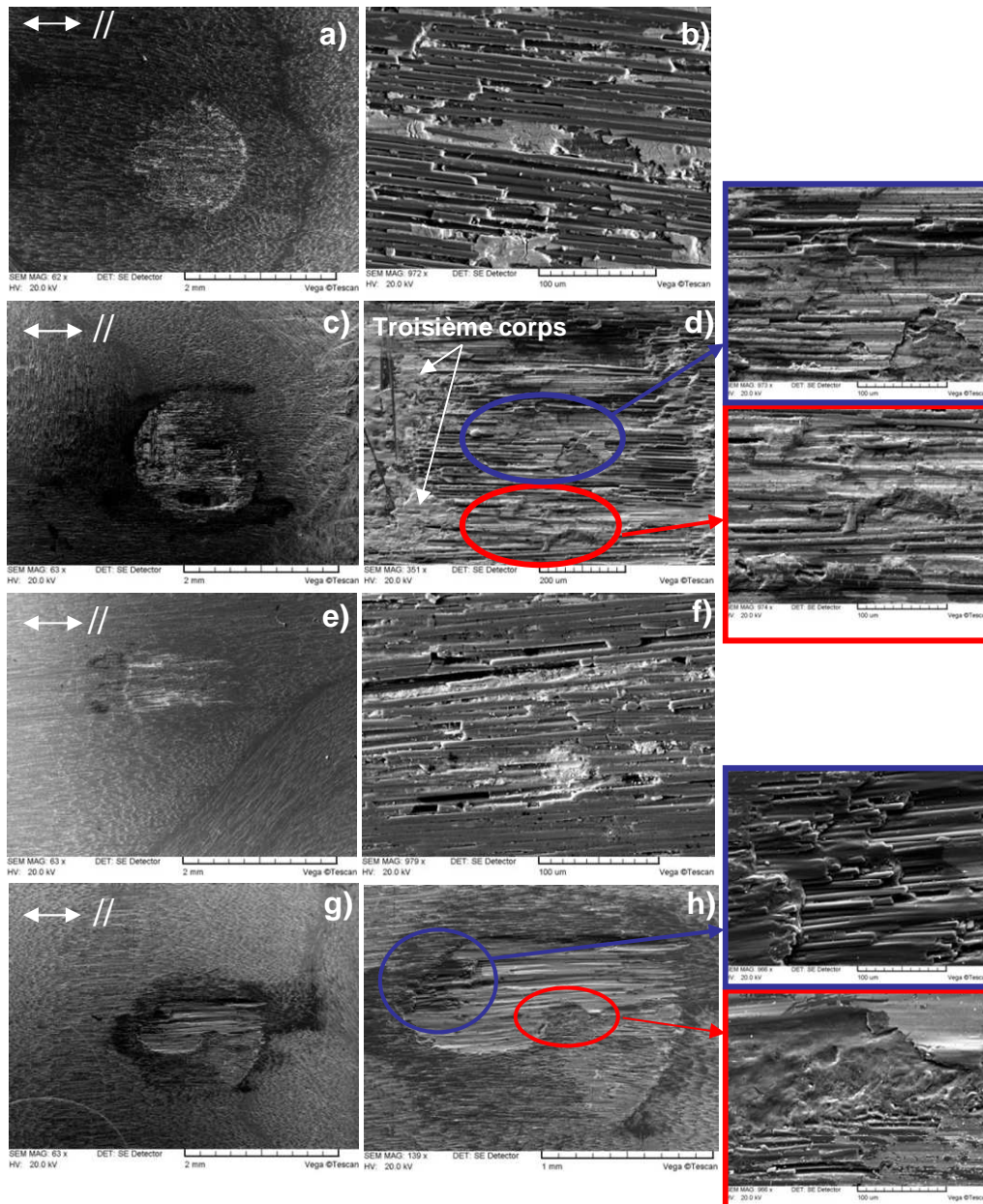
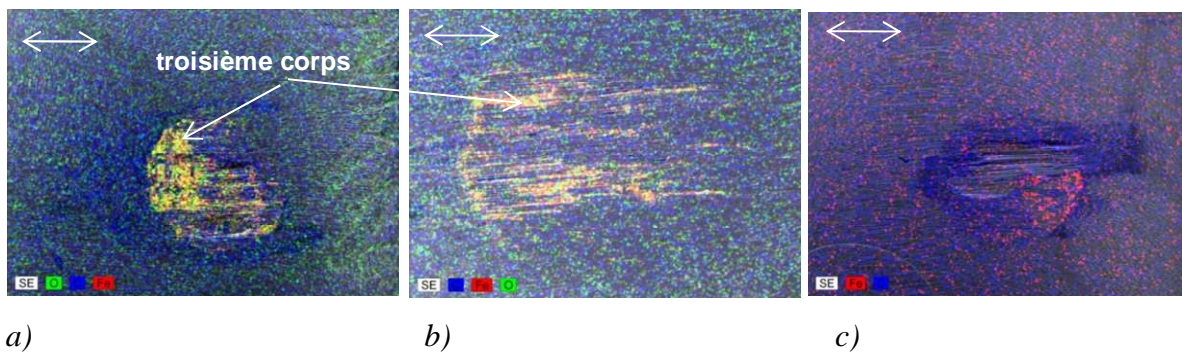


Fig. V-20: Observation au MEB des traces d'usure du composite dans le cas des fibres orientées parallèlement à la direction de glissement [20 °C-240 °C]:  
 a) 20 °C, c) 90 °C, e) 190 °C, g) 240 °C; b), f) décohésion fibre-matrice à 20 °C et 190 °C; d) fracture de la matrice et adhérence du troisième corps à la surface à 90 °C; h) fracture de la matrice et effet du fluage et absence du troisième corps à 240 °C

En effet, comme indiqué lors de l'analyse du coefficient de frottement le contact fait essentiellement intervenir une interaction fibre/acier suivant un glissement colinéaire aux fibres ce qui limite la rupture de ces dernières et assure une faible usure du composite dans sa globalité. Le vide engendré par les décohésions fibre/matrice, est comblé par le troisième

corps qui par ailleurs assure aussi un effet protecteur réduisant encore les interactions BMI/acier. En revanche, à 90 ° C et 240 ° C en raison de la fracture de la matrice et l'effet du fluage à 240°C (cf. Annexe III), l'usure du composite est plus élevée. Comme mentionné lors de l'analyse du coefficient de frottement, l'enfoncement des fibres suite à l'augmentation de la  $\tan \delta$  de la matrice fait plus intervenir des interactions acier/ BMI et donc, engendre une usure importante du contact.

En outre, la présence du troisième corps dans le contact est diminuée avec l'augmentation de la température par l'élimination de l'eau qui favorise la cohésion du troisième corps protecteur. Cela est confirmé par l'analyse EDX (fig. V-21). Seule une infime quantité du troisième corps (présence de débris de fer) est détectée à 240 °C. Une quasi absence du troisième corps dans l'interface pour cette température peut aussi justifier l'augmentation de l'usure (fig. V-17).



*Fig. V-21: Analyse EDX des traces d'usure de composite dont les fibres sont orientés parallèlement à la direction de glissement pour les températures 90 °C (a), 190 °C (b) et 240 °C (c), en montrant la présence et l'absence du troisième corps dans le contact.*

Comme dans le cas du coefficient de frottement moyen stabilisé pour l'orientation  $O_{//}$  du composite HexTOOL™ (cf. chapitre V, §1.3), le volume d'usure suit une évolution qui semble être similaire (avec un certain écart) avec la réponse visqueuse de sa matrice BMI (fig. V-22). Cette corrélation tend à confirmer l'hypothèse avancée lors de l'analyse du coefficient de frottement. Une augmentation du  $\tan \delta$ , augmentant la réponse visqueuse de la résine, engendre un enfoncement des fibres  $O_{//}$  et par conséquent une augmentation de la proportion de portance entre l'acier 100Cr6 et la résine BMI. Il en résulte une augmentation du coefficient de frottement mais aussi de la cinétique d'usure.



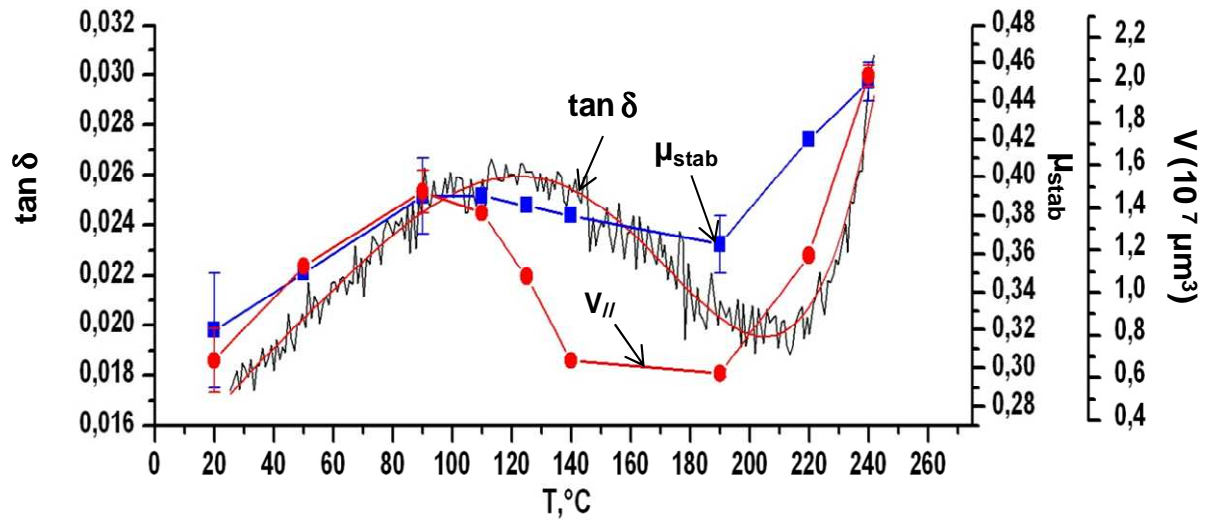


Fig. V-22: Comparaison entre l'évolution du volume d'usure et du coefficient de frottement moyen stabilisé du composite  $O_{//}$  et de la réponse visqueuse de la résine bismaléimide en fonction de la température ( $\tan \delta$ )

L'origine de l'écart entre l'évolution de  $\tan \delta$  et le volume d'usure moins aussi du coefficient de frottement peut être liée soit à un écart entre la température réelle et celle mesurée, soit à un effet lié aux chargements mécaniques imposés dans le contact.

Afin de vérifier la validité de la première hypothèse, un calcul macroscopique de la température moyenne dans le contact a été réalisé à partir d'une analyse thermique du contact frottant, utilisant [129].

Considérons un frotteur (bille) en mouvement sur une surface plane (fig. V-23).

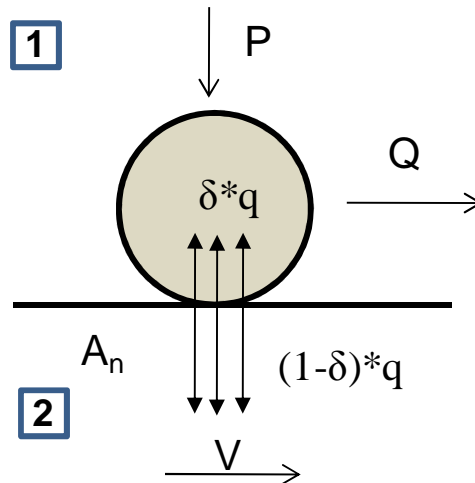


Fig. V-23 : Schématisation du contact d'un frotteur sur un plan et de la répartition des flux de chaleur.

La quantité de chaleur générée par le frottement, par unité de surface et de temps  $q$  ( $W/m^2$ ), s'exprime sous la forme :

$$q = \frac{\mu PV}{A_n} \quad (V-5)$$

Avec  $\mu$  - le coefficient de frottement,  $P$  - la charge normale appliquée sur le frotteur,  $A_n$  - l'aire apparente du contact,  $V$  - la vitesse de glissement qui dans notre cas s'exprime comme :

$$V = 4 \cdot \delta_0 \cdot f \quad (V-6)$$

Où  $f$  - la fréquence,  $\delta_0$  - le glissement pur.

En ajoutant l'équation V-6 dans l'équation V-5, la quantité de chaleur  $q$  s'écrit de la façon suivante :

$$q = \frac{E_d \cdot f}{A_n} \quad (V-7)$$

Avec  $E_d = 4\delta_0 Q^* = 4\delta_0 \mu P$  - énergie dissipée.

Dans le cas de fretting, on peut considérer la source de chaleur statique par rapport au frotteur. C'est pourquoi, la température de surface  $\theta_s$  de coté frotteur peut être exprimée par :

$$\theta_s - \theta_0 = \frac{\delta \cdot q \cdot l^*}{k_1} \quad (V-8)$$

Avec  $\theta_0$  est la température ambiante du frotteur ou la température à une distance éloignée de la zone de contact ;  $l^*$  est la valeur de cette distance qui en général est de l'ordre

de la demi-largeur du contact  $a$  ;  $\delta$  est le coefficient de partage ;  $k_1$  (J/(s m °C)) la conductibilité du matériau du frotteur (bille en acier).

En considérant  $l^*$  comme  $a$ , l'équation (V-8) devient égale à :

$$\theta_s - \theta_0 = \frac{\delta \cdot q \cdot a}{k_1} \tag{V-9}$$

La température de surface  $\theta_s$  du plan statique (composite HexTOOL™) s'exprime :

$$\theta_s - \theta_0 = \frac{(1 - \delta) \cdot q \cdot a}{k_2} \tag{V-10}$$

Où  $k_2$  est la conductibilité du matériau composite (plan).

Le coefficient de partage  $\delta$  de la quantité de chaleur est donné 0,5 car les deux sources de chaleur ont la faible vitesse (de l'ordre 0,0017 m/s).

Les données thermiques et tribologiques du couple composite/acier sont présentées dans le Tableau V-3.

Matériaux	$\theta_0, ^\circ\text{C}$	$k, \text{J}/(\text{sm}^\circ\text{C})$	$a, \text{m}$	$\delta_0, \mu\text{m}$	$\mu$	$f, \text{Hz}$	$P, \text{N}$
HexTOOL™, O//	25	2,84	0,00043	43	0,32	10	120
	50	3,08	0,00045	42	0,35		
	90	3,69	0,00046	40	0,39		
	110	4,06	0,00046	42	0,39		
	125	4,32	0,00046	41	0,385		
	140	4,54	0,00046	41	0,38		
	190	4,82	0,00047	41	0,365		
	220	5,03	0,00047	37	0,42		
	240	5,17	0,00047	38	0,45		
100Cr6	25	53					
	50	52					
	90	51					
	110	50					
	125	49,8					
	140	49,3					
	190	47,7					
	220	46,7					
	240	46					

Tab. V-3 : Indications sur les caractéristiques thermiques et tribologiques d'un couple 100Cr6/HexTOOL™(O//) [130]

Le Tableau V-4 montre les résultats du calcul réalisé dans le cas du contact composite HexTOOL™/ 100Cr6. Ce tableau met en évidence une différence entre la température

mesurée loin de la zone du contact  $\theta_0$  et la température au niveau du contact  $\theta_s$ . Cette différence varie entre 5,4 °C et 8,6 °C dans le cas du composite et de 0,46 °C et 0,6 °C dans le cas de l'acier. Par conséquent, nous pouvons déduire que l'écart de température entre l'évolution de  $\tan \delta$  et l'évolution du volume d'usure qui est de l'ordre de 40°C ne peut être expliqué par un effet d'échauffement local au niveau du contact. Pour expliquer l'écart de 40°C, d'autres aspects doivent être considérés. En particulier, il est important de mentionner que sous le contact la résine est soumise à de très fortes pressions hydrostatiques et donc il est probable que le comportement rhéologique du polymère sous le contact soit sensiblement différent de celui mesuré par les essais DMA.

Matériau	$\theta_0$ , °C	V, m/s	$E_d$ , J	$\delta$	q, kW/m <sup>2</sup>	$\theta_s - \theta_0$ , °C
HexTOOL™, O//	25	0,00172	0,066	0,5	113,7	8,6
	50	0,00168	0,07		110,9	8,1
	90	0,0016	0,075		112,6	7,02
	110	0,00168	0,079		118,8	6,7
	125	0,00162	0,075		112,6	6
	140	0,00164	0,075		112,5	5,7
	190	0,00164	0,072		103,5	5,05
	220	0,00148	0,075		108,9	5,05
	240	0,00152	0,082		118,3	5,4
100Cr6	25					0,46
	50					0,48
	90					0,51
	110					0,54
	125					0,52
	140					0,52
	190					0,51
	220					0,54
	240					0,6

Tab. V-4 : Résultats des calculs de la température moyenne de surface du contact

100Cr6/HexTOOL™ (O//)

## V.4. INFLUENCE DE L'EAU ET L'ÉTAT DE SURFACE SUR LA CINÉTIQUE D'USURE DU COMPOSITE HEXTOOL™

### V.4.1. Influence de l'état de surface du composite HexTOOL™ vis-à-vis de l'usure

Pour cette étude trois états de surface caractérisés par leurs rugosités sont étudiés et analysés (tableau V-5):

1. usinage (deux lots), correspondant à l'échantillon 1 et 2 respectivement
2. usinage et finition, correspondant à l'échantillon 3
3. usinage, finition et traitement par un agent de démoulage, correspondant à l'échantillon 4

Echantillon 1	Echantillon 2	Echantillon 3	Echantillon 4
Ra_1 (µm)	Ra_2 (µm)	Ra_3 (µm)	Ra_4 (µm)
2	2.3	1.69	1.68

Tab. V-5 : Rugosité de différents états de surface du composite HexTOOL™

L'effet de l'orientation des fibres ( $O_{//}$  et  $O_{\perp}$ ) est étudié à température ambiante, en utilisant pour chaque essai les mêmes conditions:  $P= 120N$ ,  $\delta^* = \pm 50\mu m$ ,  $n= 80000$  cycles. La figure V-24 présente l'évolution de coefficient de frottement moyen (5 essais réalisés) en fonction de nombre de cycles pour différents états de surface du composite et en fonction de l'orientation des fibres. Le coefficient de frottement se stabilise après 70000 cycles pour les orientations  $O_{//}$  et  $O_{\perp}$ .

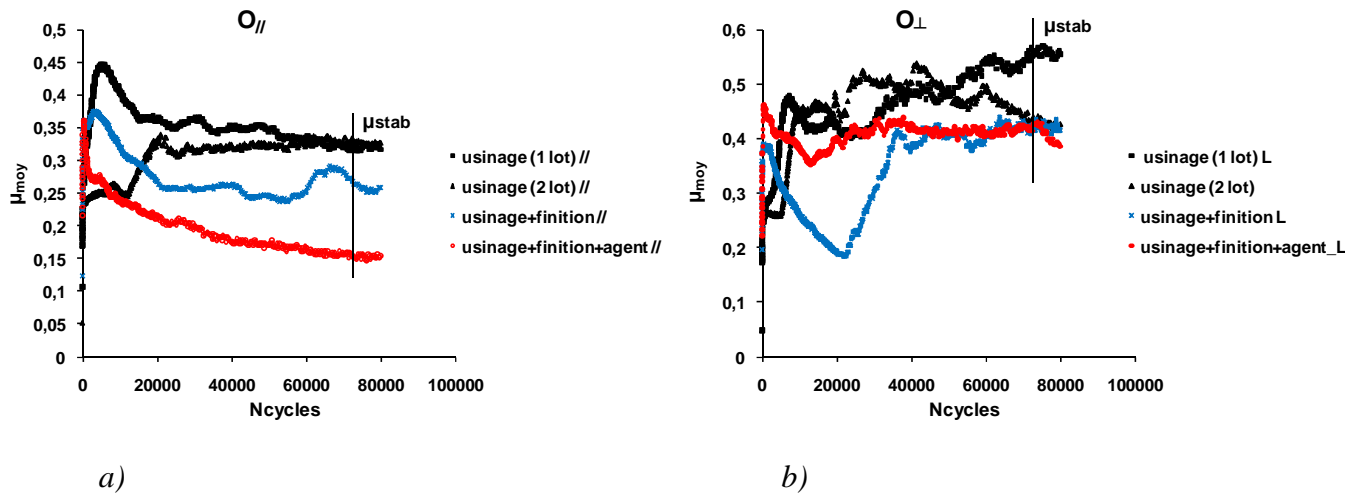


Fig. V-24 : Identification du coefficient de frottement moyen stabilisé en fonction du nombre de cycles pour les différents états de surface ( $P=120N$ ,  $\delta^*=\pm 50 \mu m$ ,  $n= 80000$  cycles,  $T=20^\circ C$ ) : a) orientation des fibres parallèles à la direction de glissement ; b) orientation des fibres perpendiculaires à la direction de glissement

Les figures V-25 et V-26 montrent les évolutions du coefficient de frottement moyen stabilisé et du volume d'usure en fonction de différents états de surface selon les orientations  $O_{//}$  et  $O_{\perp}$ . Selon les histogrammes, le coefficient de frottement moyen stabilisé et le volume d'usure est toujours plus faible dans le cas de l'échantillon 4 quelle que soit l'orientation des fibres.

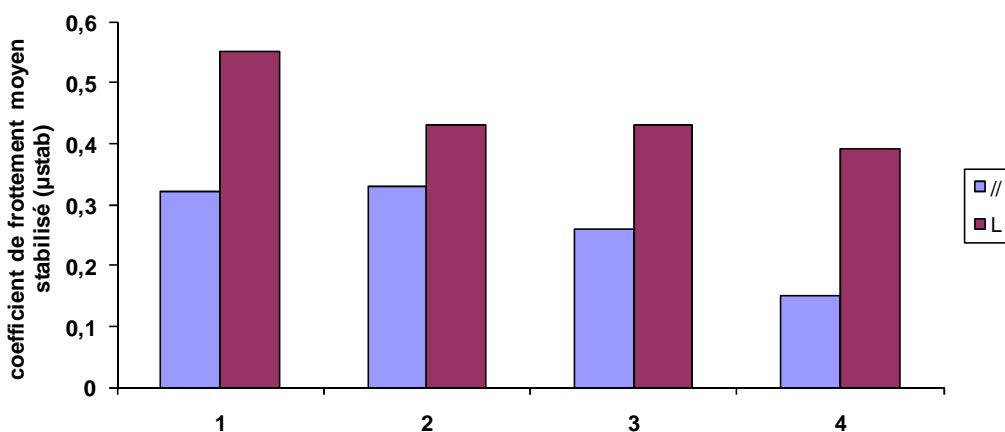


Fig. V-25: Evolution du coefficient de frottement moyen stabilisé en fonction des différents états de surface pour les deux orientations choisies : 1- usinage (1 lot) ; 2 – usinage (2 lot) ; 3 – usinage et finition ; 4 – usinage, finition, agent démoulant

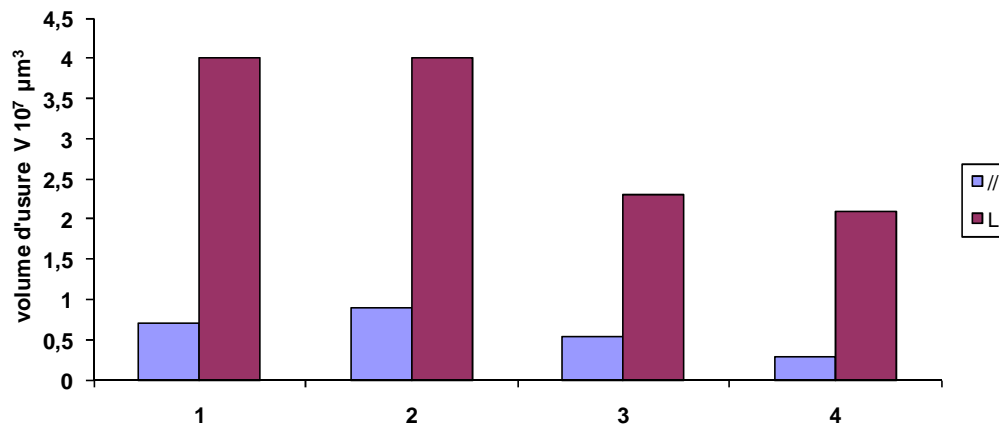


Fig. V-26 : Evolution du volume d'usure en fonction des différents états de surface pour les deux orientations des fibres considérées : 1- usinage (1 lot) ; 2 – usinage (2 lot) ; 3 – usinage et finition ; 4 – usinage, finition, agent démoulant

L'observation au MEB des traces d'usure des différents états de surfaces met en évidence l'efficacité du polissage et l'utilisation d'un agent de démoulage pour diminuer l'endommagement des composites sous sollicitations de Fretting Simple (fig. V-27, V-28). La figure V-27 montre les trois états de surface considérés dans le cas du composite pour différents grossissements et selon l'orientation  $O_{//}$ . Les faibles grossissements correspondent aux traces d'usure observées juste après la fin de l'essai. Les forts grossissements montrent les surfaces des traces d'usure nettoyées par ultrasons dans l'éthanol pendant 10 minutes afin de mieux observer l'endommagement. On observe que la décohésion fibre/matrice est plus marquée dans le cas de l'échantillon 1 que pour l'échantillon 4 (fig. V-27).

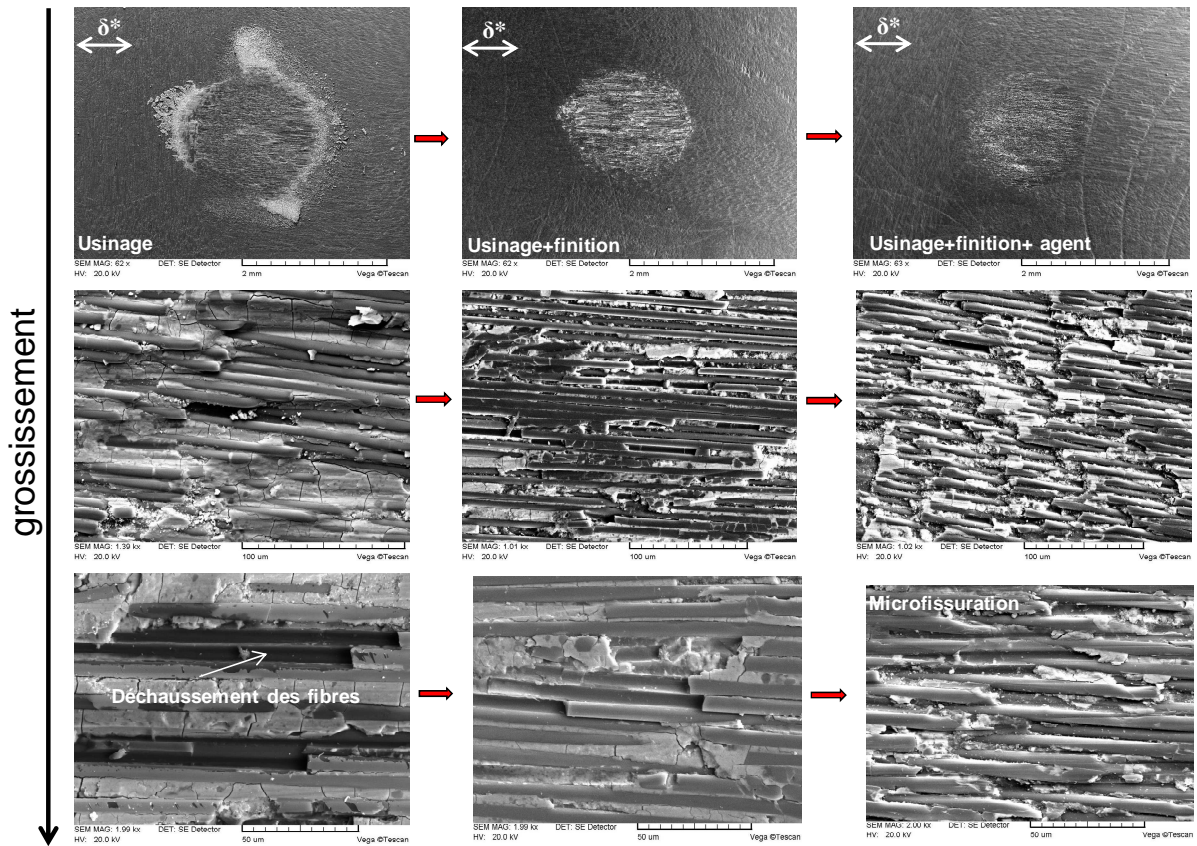


Fig. V-27 : Observation au MEB des traces d'usure de différents états de surface dans le cas de l'orientation  $O_{//}$

La même étude est conduite dans le cas des fibres orientées perpendiculairement à la direction de glissement  $O_{\perp}$  (fig. V-28). Le volume d'usure est plus faible dans le cas de l'échantillon 4 que dans le cas de l'échantillon 1. Ceci est justifié par la diminution de la quantité de débris induite par rupture des fibres dans le cas de l'échantillon 4, observée par le MEB (fig. V-28).



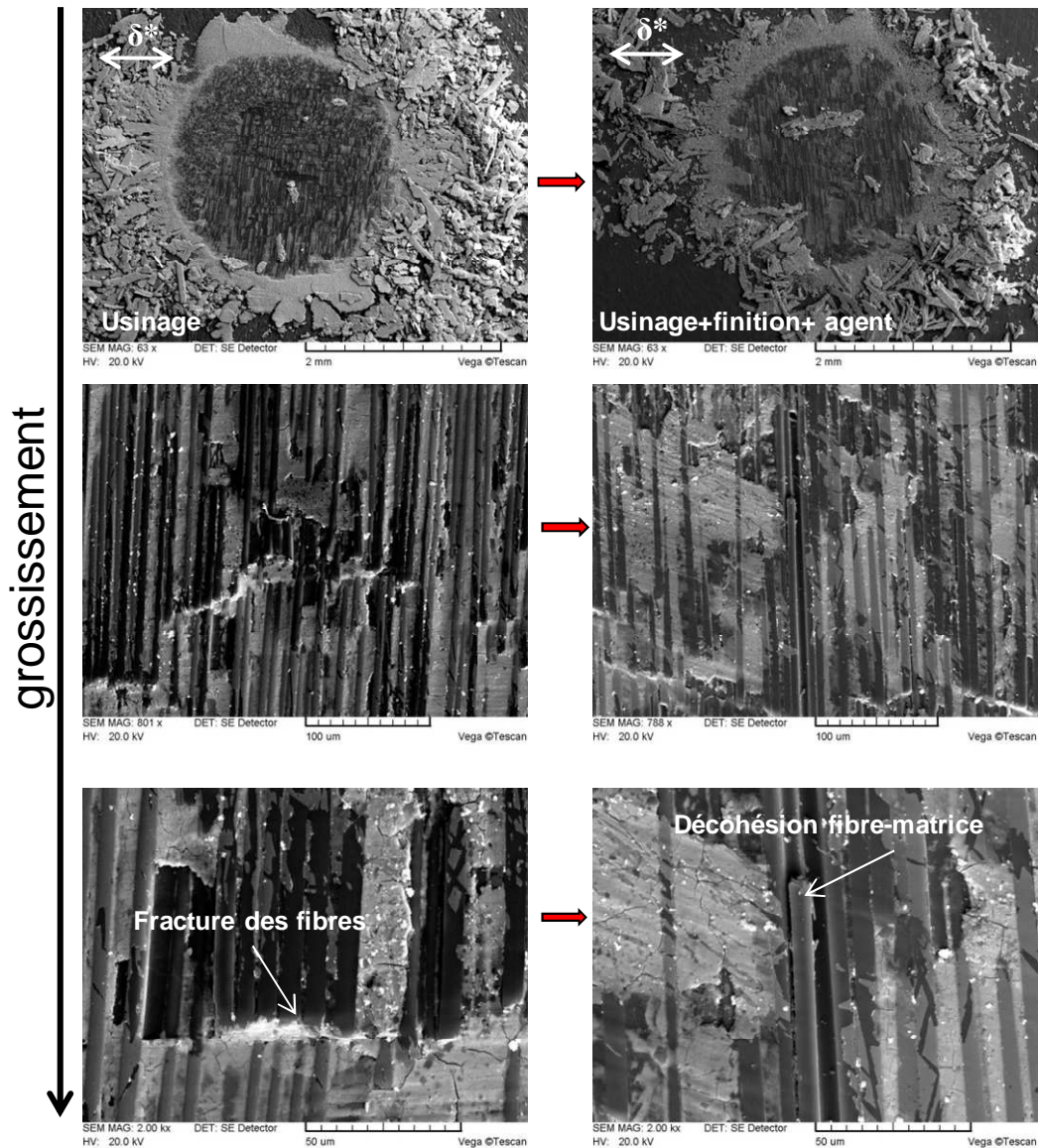


Fig. V-28 : Observation au MEB des traces d'usure de différents états dans le cas de l'orientation  $O_{\perp}$

#### V.4.2. Influence de l'eau sur l'évolution de l'usure du composite

Il est intéressant dans ce travail de montrer l'influence de l'eau sur l'usure de composite puisque la matrice de composite HexTOOL™ est sensible vis-à-vis l'humidité (cf. fig. II-25). Pour cela, la meilleure orientation des fibres : parallèles à la direction de glissement, est choisie afin de la comparer la réponse en usure à sec et dans de l'eau. Les conditions d'essai sont les suivantes :  $P= 120\text{N}$ ,  $\delta^* = \pm 50\mu\text{m}$ ,  $T= 20^{\circ}\text{C}$ , usinage (échantillon 1

cf. § V.4). Notre contact sphère/plan a été plongé dans l'eau pendant un nombre de cycles déterminé, l'eau étant considérée comme lubrifiant. Les figures V-29 et V-30 montrent l'évolution du coefficient de frottement moyen stabilisé, du volume d'usure en fonction du nombre de cycles. Les résultats obtenus montrent que la présence de l'eau dans le contact est favorable jusqu'à environ  $2 \cdot 10^5$  cycles : le coefficient de frottement et le volume d'usure sont plus faibles que dans le cas des essais menés en condition sèche. Au-delà de  $2 \cdot 10^5$  cycles, la vitesse de dégradation s'accélère due à la sensibilité de la matrice BMI à l'humidité [100]-[101]. Si le coefficient de frottement dans les conditions sèche et humide est presque identique après  $10^6$  cycles (fig. V-29), le volume d'usure dans le cas d'un contact humide est deux fois plus élevé que celui pour les essais à sec (fig. V-30). Ceci peut être expliqué par le fait que la température de transition vitreuse ( $T_g$ ) du composite « vieilli » par la présence d'eau est plus faible comparé à celle du composite resté à sec (cf. fig. II-25).

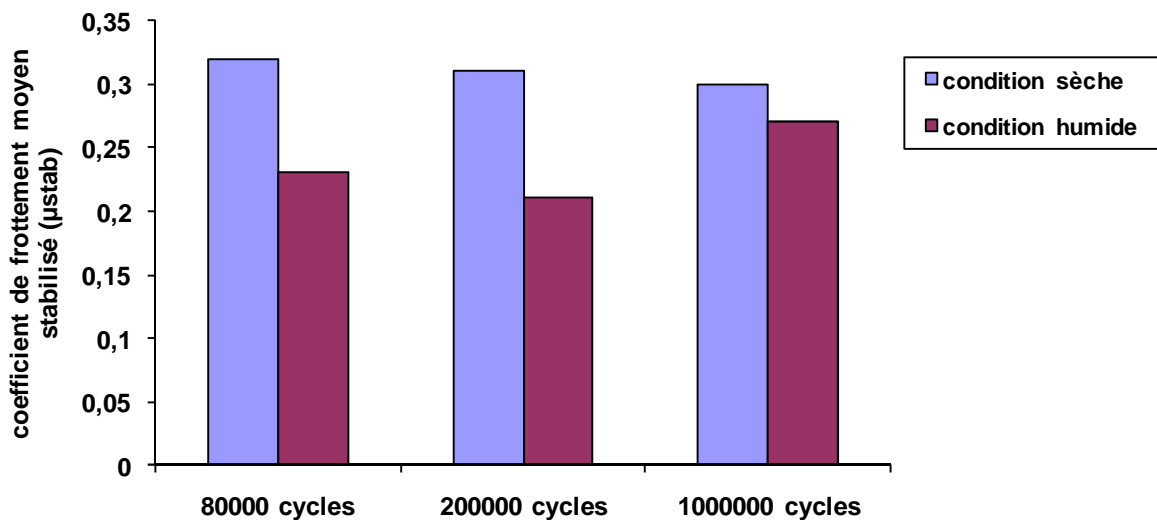


Fig. V-29: Evolution du coefficient de frottement moyen stabilisé en fonction du nombre de cycles pour l'orientation  $O_{//}$  dans le cas des conditions sèche et humide

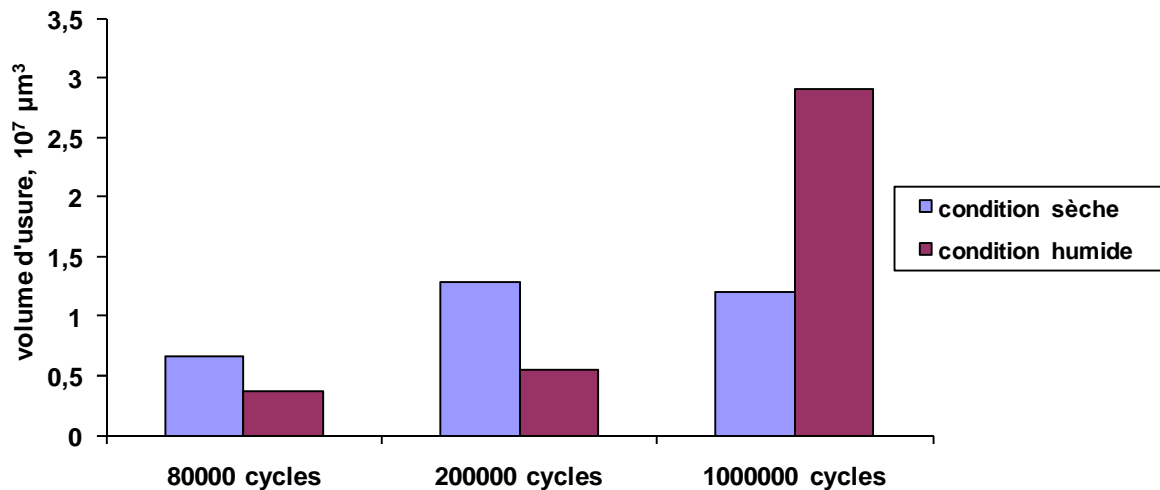


Fig. V-30: Evolution du volume d'usure en fonction du nombre de cycles pour l'orientation  $O_{//}$  dans le cas des conditions sèches et humides

L'observation au MEB des traces d'usure des deux conditions (sèche et humide) pour  $8 \cdot 10^4$  cycles et  $10^6$  cycles à température ambiante est analysée en fig. V-31. Après  $8 \cdot 10^4$  cycles l'eau retient mieux le troisième corps au niveau du contact que le composite sec, et donc sa présence est favorable pour diminuer la cinétique d'usure. En revanche, après  $10^6$  cycles on remarque que la surface de trace d'usure du composite humide est plus endommagée que celle observée pour l'essai à sec. Afin de mieux comprendre l'endommagement de ces deux conditions après  $10^6$  cycles, la figure V-32 montre l'observation au MEB de ces traces d'usure pour un fort grossissement. On observe que l'eau plastifie la matrice du composite et donc la dégrade. En revanche, dans les conditions sèches, on observe une micro fissuration de la matrice et peu de décohésion fibre-matrice. La cohésion entre les fibres et la matrice est assez forte pour cette condition. C'est pourquoi le volume d'usure est plus faible que celui mesuré dans les conditions humides.

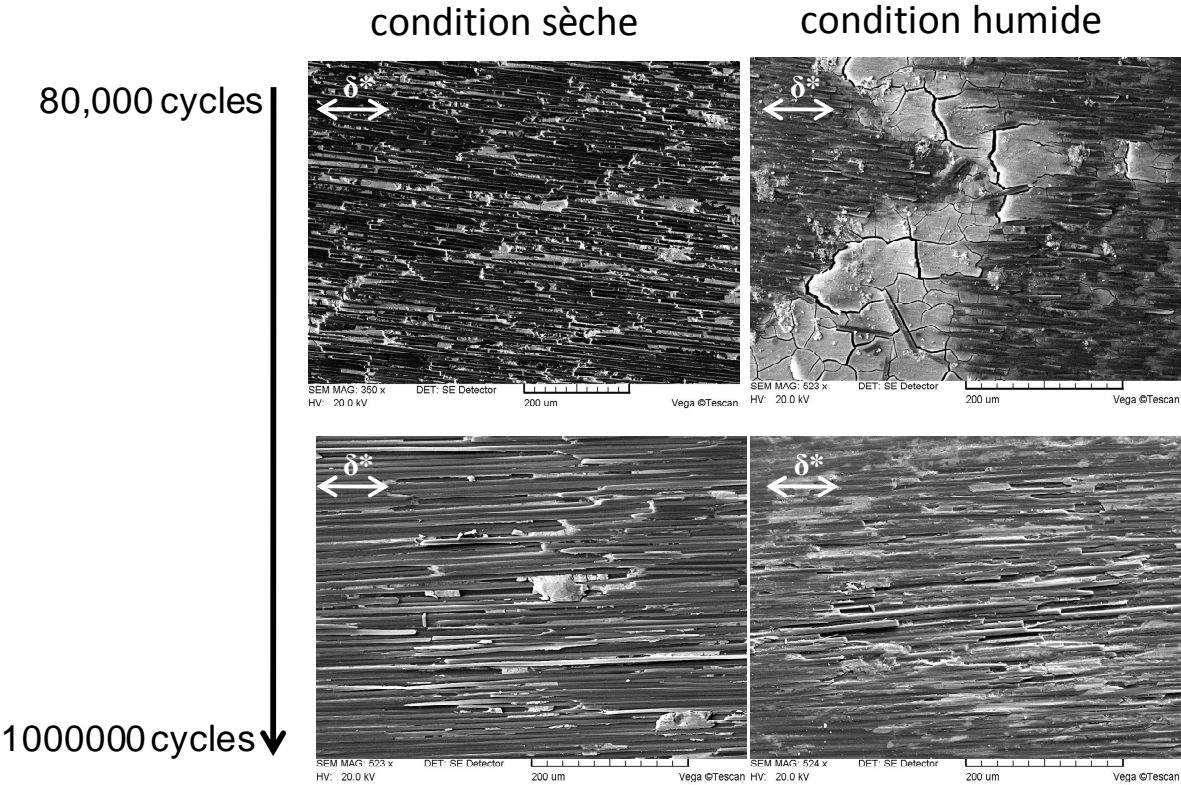
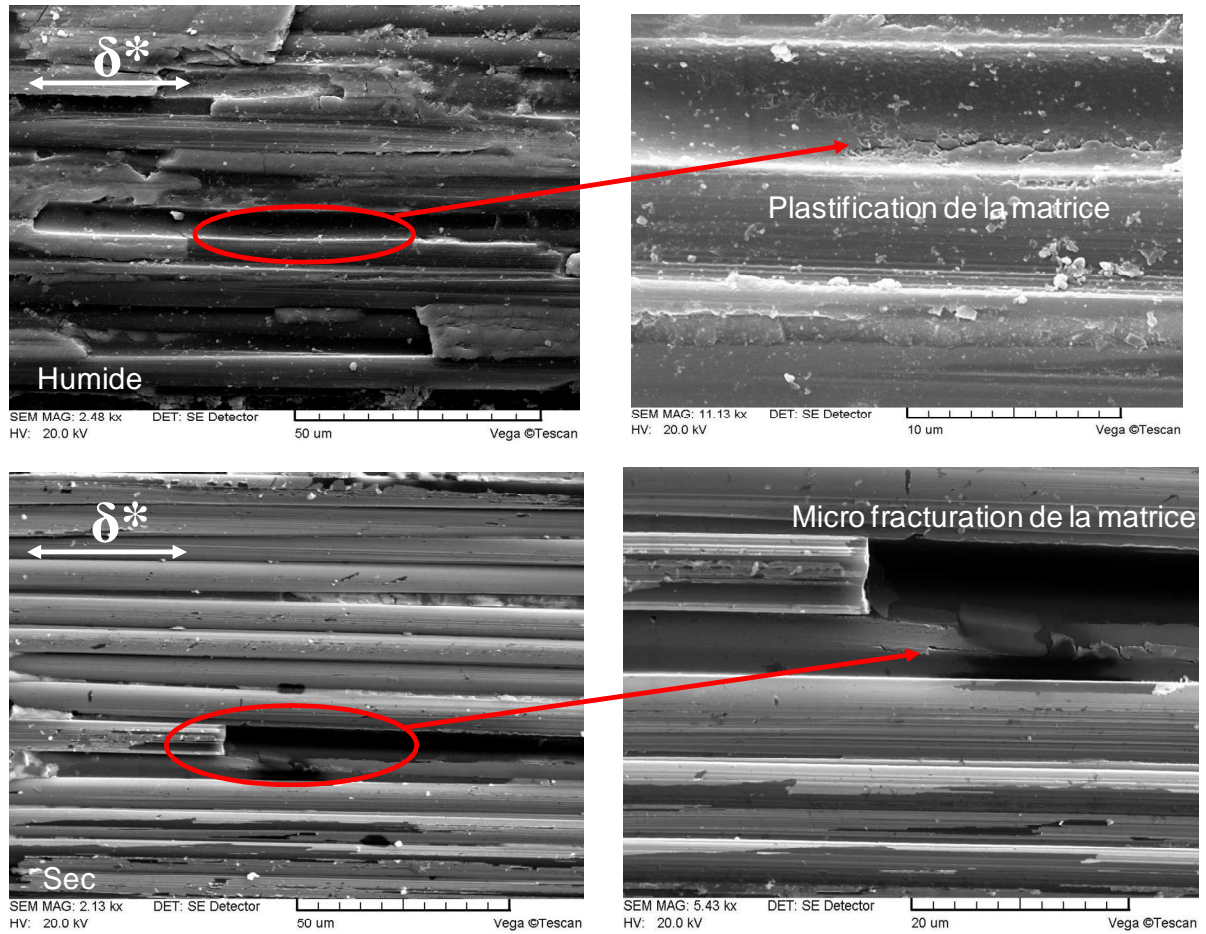


Fig. V-31 : Observation au MEB des traces d'usure des composites dans les conditions sèche et humide après 80000 cycles et 1000000 cycles



*Fig. V-32 : Observation au MEB de l'endommagement du composite lié aux deux conditions d'environnement différentes*

La figure V-33 montre le spectre chimique analysé par EDX des composants d'une partie de la trace d'usure du composite qui était dans l'eau pendant  $10^6$  cycles. La zone « blanche » observée en surface du composite comporte une forte proportion d'oxydes de fer.

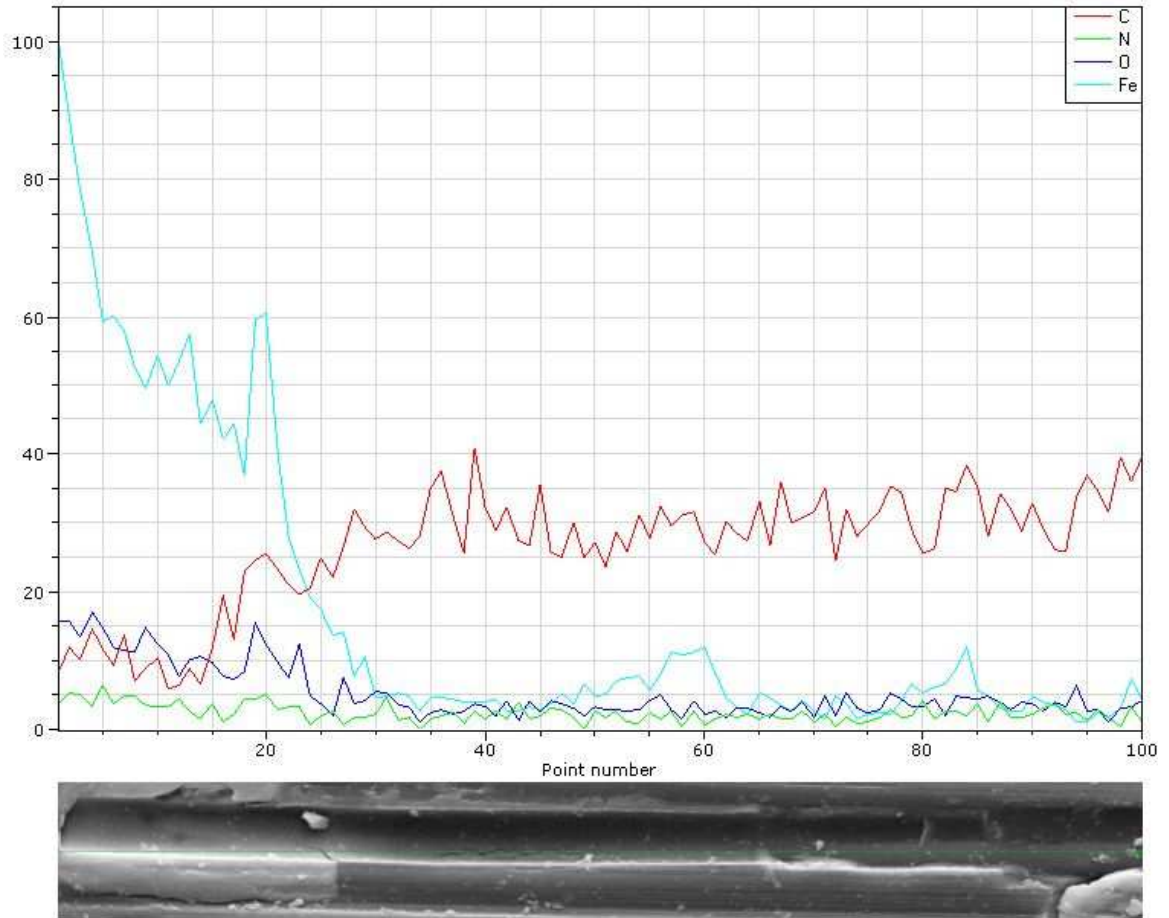


Fig. V-33 : Analyse par EDX de la composition chimique du troisième corps du composite dans le cas du contact humide

## V.5. CONCLUSION

Les résultats expérimentaux que nous venons d'analyser nous permettent de proposer les conclusions suivantes :

- Dans le cas de l'étude de l'influence du coefficient de frottement sur le renfort du composite HexTOOL™ plusieurs essais effectués montrent que le coefficient de frottement est toujours plus faible pour l'orientation  $O_{//}$  que pour l'orientation  $O_{\perp}$  quelle que soit la charge, la durée d'essai et la température appliquée. La loi de frottement pour les trois températures étudiées est établie. L'effet de la pression sur le coefficient de frottement stabilisé  $\mu_{stab}$  est indépendant de la température dans la gamme des températures étudiées [20°C-190°C] mais aussi de l'orientation des fibres.

- En adoptant l'approche énergétique, l'effet de la température sur l'usure du composite est montrée. Grâce à cette approche, nous avons pu montrer que la meilleure résistance vis-à-vis de l'usure correspond à l'orientation  $O_{//}$ . Cette approche est valable quel que soit le spectre de chargement et les conditions de température. Deux mécanismes d'endommagement suivant l'orientation des fibres sont observés. La cinétique d'usure de l'orientation  $O_{//}$  dépend fortement de la matrice. L'endommagement est induit principalement par la décohésion fibre-matrice et la fracture de la matrice (dans le cas des températures élevées). Ceci est expliqué par le fait que la cinétique d'usure suit la réponse visqueuse de la matrice BMI en fonction de la température. En ce qui concerne l'orientation  $O_{\perp}$ , le principal mécanisme d'endommagement est lié à la rupture des fibres. Ici, la cinétique d'usure dépend principalement de l'évolution du troisième corps au niveau du contact. En augmentant la température, la quantité du troisième corps diminue et donc, la sensibilité à l'usure augmente.
- L'influence des différents états de surface, ainsi que la présence de l'eau dans le contact sur l'usure du composite est abordée. Il est constaté que les plus mauvaises propriétés tribologiques du point de vue usure correspondent à l'échantillon obtenu juste après usinage (échantillon 1), alors que les meilleures correspondent à la surface traitée avec l'agent de démoulage (échantillon 4). Ceci quelle que soit l'orientation des fibres. Les résultats obtenus montrent que la présence de l'eau dans le contact est favorable jusqu'à  $2.10^5$  cycles. Au-delà de  $2.10^5$  cycles, la vitesse de dégradation s'accélère. Ceci est lié à la sensibilité de la matrice BMI à l'humidité.

En se basant sur ces résultats, la carte de réponse du matériau est établie (fig. V-34). On confirme que l'usure est activée dans le régime de glissement total. Dans le cas de l'orientation  $O_{//}$ , le mécanisme d'endommagement est lié à la décohésion fibre/ matrice pour les pressions moyennes appliquées et la rupture de la matrice pour les pressions élevées. Dans le cas de l'orientation  $O_{\perp}$ , le mécanisme principal d'endommagement est lié à la rupture des fibres.

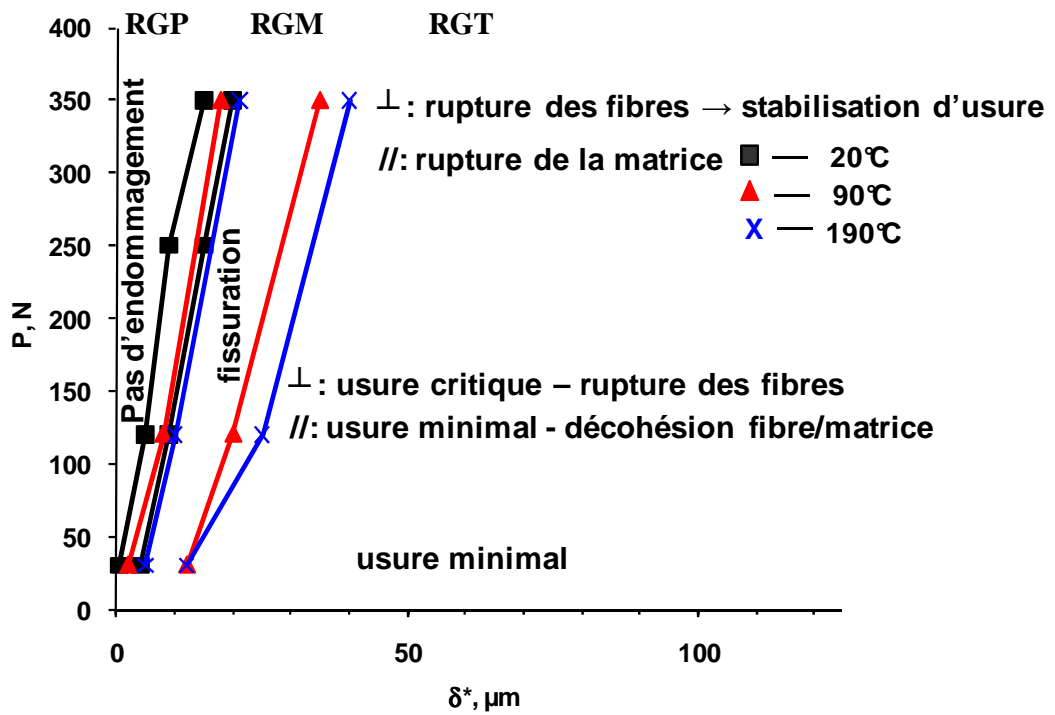


Fig. V-34: Carte de réponse du composite HexTOOL™



# **CONCLUSION GÉNÉRALE**

### Conclusion

Dans un contexte marqué par l'augmentation de l'utilisation des composites dans le domaine aéronautique, et donc de l'augmentation des assemblages mécaniques composite/composite et/ou composite/métal, les endommagements induits par les sollicitations de fretting (micro débattements générés par des sollicitations vibratoires) sont de plus en plus critiques. L'endommagement fretting des assemblages métal/composite est un phénomène complexe qui est encore loin d'être maîtrisé.

L'objectif de cette thèse a donc été de développer une méthodologie expérimentale, permettant de mieux connaître le comportement tribologique d'un composite au travers de l'étude de l'influence des paramètres d'environnement et de fonctionnement. Un composite et deux résines thermodurcissables ont été étudiés : le composite HexTOOL<sup>TM</sup>, sa matrice bismaléimide (BMI) et la résine époxyde (RTM6). L'étude de la résine RTM6 dans le cadre de cette thèse est motivée par son large champ d'application dans le domaine industriel (aéronautique et aérospatiale...) et par son utilisation comme matériau de référence dans le but de la comparer avec la résine BMI. Nous avons abordé cette étude, en employant volontairement des matériaux industriels de qualité commerciale.

Pour atteindre cet objectif, une approche expérimentale complétée dans certains cas par des modélisations numériques et analytiques a été mise en place. Les principales résultats qu'il faut retenir de ce travail sont :

#### **✍ Pour les résines thermodurcissables RTM6 et BMI:**

- Les résultats de la caractérisation physico-chimique (DSC) et mécanique (DMA), ont mis en évidence les différents comportements physico-chimiques et mécaniques des deux résines. La température de la relaxation  $\alpha$  est plus élevée pour la résine BMI ([265°C - 325°C] à 10 Hz) que pour la résine RTM6 (225°C à 10 Hz). Dans toute la gamme de températures considérée, la pente du module de conservation  $E'$  au plateau vitreux est plus faible dans le cas de la BMI que dans le cas de la résine RTM6.
- La réalisation des essais de fretting pour les résines RTM6 et BMI pour différentes conditions de charges et de débattements nous a permis de définir les cartes de

## CONCLUSION GÉNÉRALE

---

sollicitations locale (CSL). En effet, à partir de ces cartes on peut distinguer les différents régimes de glissement qui indirectement vont contrôler la nature et le mode d'endommagement. En plus, l'influence de la température sur ces cartes est montrée. En augmentant la température, les frontières de régimes de glissement ont tendance de se déplacer vers les hautes amplitudes de débattement. L'origine de ce déplacement est liée à la diminution des modules réels des deux résines avec la température. La raideur du contact est plus faible et donc l'amplitude de transition est plus importante. D'autre part, l'augmentation de la température dans la gamme de 20°C-215°C a aussi pour conséquence d'augmenter le coefficient de frottement et donc d'augmenter l'amplitude de la transition de glissement. On constate, par ailleurs une différence dans le décalage des frontières selon les résines étudiées. Dans le cas de la résine RTM6 ce décalage est très marqué.

- Les lois de frottement des résines en régime de glissement total, sont établies pour différentes températures. A température ambiante, la loi de frottement des deux résines, pour les mêmes conditions expérimentales de fretting, est similaire. Dans le cas de la résine BMI, elle est indépendante de trois températures étudiées ( $T \ll T_\alpha$ ). Dans le cas de la résine RTM6, la loi de frottement est très sensible à température de 215°C où la pente  $\beta$  ainsi que  $\mu_0$  augmentent de façon significative ( $T$  approche  $T_\alpha$ ).
- L'analyse de la fissuration est conduite sous différents niveaux de débattements et appliquée seulement dans le cas de la résine BMI. Deux types de fissurations ont été mises en évidence : des fissures primaires, initiées au bord du contact perpendiculairement à l'axe de glissement et se propageant avec un angle  $\alpha$  inférieure à 15° par rapport à la normale du plan. D'autre part, on observe des fissures secondaires de taille micrométriques orientées avec angle de 45° par rapport au plan de la surface dans les zones de glissement du contact. L'origine de l'amorçage et de la propagation des fissures primaires est expliquée par une analyse mécanique Mindlin–Hamilton. Elle est liée aux contraintes maximales de traction situées en bordure du contact. L'influence des régimes de glissement et de la température sur l'amorçage et la propagation des fissures primaires est montrée. Pour de très faibles amplitudes de débattements et de forces tangentielles, dans le régime de glissement partiel (RGP), aucun endommagement n'est observé. En se rapprochant du régime de glissement mixte (RGM), des fissures primaires s'amorcent, puis se propagent avant se stabiliser dans le régime de glissement total (RGT) dans la mesure où le basculement en RGT

## CONCLUSION GÉNÉRALE

---

induit une stabilisation de l'amplitude de la force tangentielle  $Q^*$ . A hautes températures (90-190°C), ces fissures se propagent plus rapidement. Pour chaque régime de glissement, la longueur des fissures primaires augmente avec la température. Les résultats de l'analyse de l'amorçage des fissures primaires, sont réunis dans un diagramme de type carte de fatigue. La diminution avec la température des propriétés de fatigue de la résine BMI pour des durées d'essai ( $10^2$ - $10^5$  cycles) a été démontrée et quantifiée.

- En régime de glissement total (RGT), le comportement vis-à-vis de l'usure en fonction de la température des résines RTM6 et BMI a été étudiée. L'approche énergétique nous a permis de comparer l'évolution du volume d'usure en fonction de l'énergie dissipée cumulée. Les deux résines montrent une évolution quasi bilinéaire. L'origine de cette évolution est liée à la formation d'une couche protectrice appelée troisième corps induisant une transition d'un régime d'usure élevé à un régime d'usure faible. La présence du troisième corps est confirmée par l'analyse EDX. La résistance à l'usure de la résine BMI est plus importante que celle de la résine RTM6 dans l'intervalle [90-215°C] en raison de la formation du troisième corps plus adhérent. Dans le cas de la résine RTM6, la cinétique d'usure évolue d'une manière monotone en raison d'une modification des propriétés des débris, empêchant la formation du troisième corps. Par conséquent, les cinétiques d'usure des résines RTM6 et BMI sont directement fonction des propriétés cohésives du troisième corps ainsi formé. L'analyse DSC montre que le comportement rhéologique du troisième corps engendré par le frottement des deux antagonistes à température ambiante est lié à la présence d'eau dans le troisième corps.
- La carte de réponse du matériau (CRM) de la résine BMI pour les températures 20°C et 90°C est réalisée. L'introduction de cette carte nous a permis d'étudier l'effet de divers paramètres sur le comportement en endommagement de ce matériau. Cette carte est constituée de trois domaines principaux : un domaine de non endommagement, un domaine d'amorçage et propagation de fissures et un domaine de l'usure.

### ✍ Pour le composite HexTOOL™ :

- La caractérisation morphologique du composite HexTOOL™ nous a révélé la complexité de sa structure. L'analyse par spectroscopie mécanique (DMA) montre que

## CONCLUSION GÉNÉRALE

---

du point de vue local, l'orientation des fibres influence les propriétés viscoélastiques du composite.

- Les cartes de sollicitation locale (CSL) pour différentes températures sont définies. Comme dans le cas de sa matrice BMI, l'augmentation de la température conduit systématiquement au déplacement des frontières de régimes de glissement vers de plus grandes amplitudes de débattement.
- Vue la complexité structurale du composite, deux orientations des fibres par rapport aux sollicitations du fretting sont définies : parallèle  $O_{//}$  et perpendiculaire  $O_{\perp}$ . Quelle que soit la charge, le nombre de cycles ainsi que la température appliquée, le coefficient de frottement est toujours plus faible dans la direction  $O_{//}$ . La loi de frottement établie montre que l'effet de la pression sur le coefficient de frottement stabilisé  $\mu_{stab}$  est indépendante de la température dans la gamme de [20°C-190°C] mais aussi de l'orientation des fibres par rapport à la direction de glissement.
- Le comportement vis-à-vis de l'usure en fonction de la température du composite HexTOOL™ est étudié en RGT. L'approche énergétique nous permet de comparer l'évolution du volume d'usure en fonction de l'énergie dissipée cumulée selon les orientations  $O_{//}$  et  $O_{\perp}$ . Comme dans le cas du coefficient de frottement, la résistance à l'usure est plus élevée suivant la direction  $O_{//}$  par rapport à  $O_{\perp}$  quelles que soit la charge et les conditions de température. Donc, les mécanismes d'endommagement sont complètement différents selon l'orientation des fibres. Dans le cas de l'orientation  $O_{//}$ , la cinétique d'usure dépend de la réponse visqueuse de la matrice BMI du composite. L'endommagement est dû principalement à la décohésion fibre-matrice et la fracture de la matrice (dans le cas de températures élevées). Concernant l'orientation  $O_{\perp}$ , l'endommagement est principalement lié à la rupture des fibres au niveau du contact, conduisant à la formation de débris constituant avec le temps un lit du troisième corps. Par conséquent, l'usure du composite dans cette orientation est dépendante de la cinétique de formation du troisième corps.
- L'importance de l'influence des différents états de surface, ainsi que la présence de l'eau dans le contact a été analysée. La condition la plus favorable pour garantir une usure faible, correspond à la surface traitée ( $R_a = 1,68 \mu m$ ) avec un agent de démoulage et pour une orientation parallèle ( $O_{//}$ ). La présence de l'eau dans le contact est un paramètre important à prendre en considération. En comparaison avec l'état sec dans les mêmes conditions de sollicitation et de surface ( $R_a = 2 \mu m$ ), la cinétique de

## CONCLUSION GÉNÉRALE

---

l'usure est plus faible jusqu'à 200000 cycles. Au-delà de ce nombre de cycles, l'usure s'accélère en raison de la sensibilité de la matrice BMI vis-à-vis de l'humidité.

- Les cartes de réponse du matériau (CRM) du composite HexTOOL™ pour les températures 20°C, 90°C et 190°C sont tracées. Ces cartes sont constituées de trois domaines principaux : un domaine de non endommagement, un domaine d'amorçage et de propagation de fissures et un domaine de l'usure. Le phénomène d'usure est lié au régime de glissement total (RGT). Dans le cas de l'orientation  $O_{//}$ , le mécanisme d'endommagement est lié à la décohésion fibre/ matrice pour les pressions moyennes appliquées et la rupture de la matrice pour les pressions élevées. Dans le cas de l'orientation  $O_{\perp}$ , le mécanisme principal d'endommagement est lié à la rupture des fibres.

### Du point de vue technologique:

- Une nouvelle méthode de mesure du module élastique en fonction de la température est proposée. Elle consiste à appliquer une force normale donnée suivie par quelques cycles de fretting en glissement partiel pour marquer la zone de contact. Le rayon du contact mesuré par observation optique post-mortem est combiné avec le formalisme de Hertz afin de calculer le module de Young de la résine RTM6. Les valeurs de module de Young en fonction de la température sont comparées avec les résultats de l'analyse DMA. Une bonne corrélation est observée. L'erreur relative reste inférieure à 5% en dessous de 200° C par rapport aux valeurs de référence DMA. Cette approche est valable seulement dans le domaine élastique du polymère.
- Dans l'optique d'améliorer le comportement tribologique (fretting) du contact sphère/plan (100Cr6 /HexTOOL™) nous proposons de tenir compte des points résumés dans le tableau ci-dessous :

## CONCLUSION GÉNÉRALE

Matériau	HexTOOL™			
La pression critique	120N (300 MPa)			
Orientation par rapport aux sollicitations	O//			
Le meilleur état de surface	Après usinage, finition et utilisation d'un agent de démoulage			
Eau comme lubrifiant	Jusqu'à 200000 cycles			
Nombre de cycles	80000			
Température d'utilisation	190°C			
Le coefficient de frottement critique ( $\delta^* = \pm 100 \mu\text{m}$ , $10^6$ cycles)	20°C	90°C	190°C	
	$\mu_{//}$	0,3	0,4	0,4
	$\mu_{\perp}$	0,5	0,52	0,58

Les points qu'il convient de développer concernent les niveaux de contraintes du contact 100Cr6/BMI pour lequel les informations obtenues par l'approche analytique de Mindlin-Hamilton ne permettent pas de prendre en compte les déformations viscoplastiques. Outre l'aspect des contraintes, une étude quantitative de la condition d'arrêt de fissure demande une analyse complète du contact élasto-visco-plastique, y compris une modélisation de la fissure en 3D.

Nous venons de définir un certain nombre de points pouvant aider à comprendre le comportement en fretting des composites vis-à-vis des métaux dans le cas d'un contact sphère/plan. Cependant, il ne faut pas perdre de vue que cette configuration de contact est peu utilisée dans l'industrie. Un travail supplémentaire doit prendre en considération les différentes configurations de contact et en particulier évaluer la réponse de contacts poinçon/plan.

En conclusion, la méthodologie d'analyse tribologique que nous avons développé de façon académique offre une vision globale des phénomènes de fretting. Elle peut aider à mieux comprendre la réponse de contacts industriels.

**RÉFÉRENCES  
BIBLIOGRAPHIQUES**



## BIBLIOGRAPHIE

- [1] A. VAUTRIN, "Procédés LCM innovants pour pièces complexes en composites LCM-SMART," 2011.
- [2] E. EDEN, W. ROSE, and F. Cunningham, "The endurance of metals," *Proc. Instn mech. Engrs*, no. 875, 1911.
- [3] G. TOMLINSON, "The rusting of steel surfaces in contact," *Proc.Roy.Soc.London Ser.A*, no. 115, pp. 472-483, 1927.
- [4] C. CATTANEO, "Sul contatto di due corpi elastici: distribuzione locale degli sforzi," *Rendiconti dell'Accademia dei lincei*, vol. 6, no. 27, pp. 343-348, 434-436 and 474-478, 1938.
- [5] R. MINDLIN, "Compliance of elastic bodies in contact," *Trans.ASME, Series E, Journal of Applied Mechanics*, no. 16, pp. 259-268, 1949.
- [6] K. JOHNSON, "Surface interaction between elastically loaded bodies under tangential forces," *Proc.R.Soc., Ser.A230*, pp. 531-548, 1955.
- [7] P. BEARDMORE, J. HARWOOD, K. KINSMAN, and R. ROBERTSON, "Fiber-reinforced composites: Engineering Structural Materials," *Science*, pp. 208-833, 1980.
- [8] H.HERTZ, "Uber die Berührung fester elastischer Körper," *J. reine und angewandte Mathematik*, no. 92, pp. 156-171, 1882.
- [9] E. MEWAN, "Stresses in elastic cylinders in contact along a generatrix," *Phil.Mag*, no. 40, pp. 454-459, 1949.
- [10] G. HAMILTON and L. GOODMAN, "The stress field created by a circular sliding contact," *Appl. Mech.*, no. 33, pp. 371-376, 1966.
- [11] G. M. HAMILTON, "Explicit equations for the stresses beneath a sliding spherical contact," *Proc. Inst. Mech. Ing.*, vol. 197c, pp. 53-59, 1983.
- [12] A. SACKFIELD and D. A. HILLS, "Some useful results in the tangentially loaded Hertzian contact problem," *J. Strain Anal.*, vol. 18 (3), pp. 299-306, 1983.
- [13] K. L. JOHNSON, *Contact Mechanics*. Cambridge: Cambridge University Press, 1985.
- [14] D. HILLS, D. NOWELL, and A. SACKFIELD, *Mechanics of elastic contacts*. Oxford: Butterworth-Heinemann Ltd, 1993.

- [15] D. A. HILLS and D. NOWELL, *Mechanics of fretting fatigue*.: Kluwer Academic Publishers, 1994.
- [16] C. BLEUZEN, "Evaluation de la susceptibilité au fretting d'alliages aéronautique, le fretting corrosion," *Senlis*, pp. 39-57, 1988.
- [17] H. MOHRBACHER et al., "Oxidational wear of TiN coatings on tool steel and nitrided tool steel in unlubricated fretting," *Wear*, no. 188, pp. 130-137, 1995.
- [18] J. HALLIDAY and W. HIRST, "The fretting corrosion of mild steel," *Proc. Roy. Soc.*, vol. A 236, pp. 411-425, 1956.
- [19] G. H. G. VAESSEN, C. P. L. COMMISSARIS, and A. W. J. DE GEE, *Proc. Inst. Mech. Ing.* , no. 183, p. 125, 1968-1969.
- [20] N. OHMAE and T. TZUKIZOE, "The effect of slip amplitude on fretting," *Wear*, no. 27, pp. 281-293, 1974.
- [21] S. C. GORDELIER and T. C. CHIVERS, "A literature review of palliatives for fretting fatigue," *Wear*, no. 56, pp. 177-190, 1979.
- [22] S. FOUVRY, P. KAPSA, and L. VINCENT, "Analysis of sliding behaviour for fretting loadings: determination of transition criteria," *Wear*, no. 185, pp. 35-46, 1995.
- [23] V. PELLERIN, "Etude du comportement en usure induite sous petits débattements d'alliages d'aluminium et de titane," Ecole Centrale de Lyon, Thèse N° 90-01, 1990.
- [24] S. FOUVRY, P. KAPSA, and L. VINCENT, "Quantification of fretting damage," *Wear*, no. 200, pp. 186-205, 1996.
- [25] S. FOUVRY, P. KAPSA, H. ZAHOUANI, and L. VINCENT, "Wear analysis in fretting of hard coatings through a dissipated energy concept," *Wear*, vol. 203-204, pp. 393-403, 1997.
- [26] O. VINGSBO and S. SÖDERBERG, "On fretting maps," *Wear*, vol. 126, pp. 131-147, 1988.
- [27] C. COLOMBIE, "Usure induite par petits débattements," Thèse Ecole Centrale de Lyon 86-11, 1986.
- [28] L. VINCENT, "Material and fretting," in *ESIS 18, Mechanical Engineering Publication*, London, 1994, pp. 323-337.
- [29] P. BLANCHARD, "Usure induite en petit débattements: transformation tribologique

- quperficielle d'alliages de titane," Thèse ECL 91-32, 1991.
- [30] K. ELLEUCH, "Comportement en fretting d'alliages d'aluminium- Effet de l'anodisation," Thèse Ecole Centrale de Lyon 2002-06, 2002.
- [31] S. FOUVRY, "Etude quantitative des dégradations en fretting," Thèse Ecole Centrale de Lyon 97-04, 1997.
- [32] H. PROUDHON, "Identification des mécanismes de fissuration dans un alliage d'aluminium sollicité en fretting et en fatigue," Thèse Ecole Centrale de Lyon 2005.
- [33] A. CHATEAUMINOIS and M.-C. BAIETTO-DUBOURG, "Fracture of glassy polymers within sliding contacts," *Adv. Polym. Sci.*, no. DOI 10.1007/b 136979, 2005.
- [34] R. WATERHOUSE, *Metal Treatments against Wear, Corrosion, Fretting Fatigue*. Oxford: Pergamon Press, 1988.
- [35] Z. ZHOU, S. FAYEULLE, and L. VINCENT, "Cracking behaviour of various aluminium alloys during fretting wear," *Wear*, vol. 155, pp. 317-330, 1992.
- [36] L. VINCENT, Y. BERTHIER, M. DUBOURG, and M. GODET, "Mechanics and materials in fretting," *Wear*, vol. 153, pp. 135-148, 1992.
- [37] A. CHATEAUMINOIS, M. KHARRAT, and A. KRICHEN, *Analysis of fretting damage in polymers by means of fretting maps*, American society for testing and materials ed., D. HOEPPNER, V. CHANDRASEKARAN, and C. and ELLIOTT, Eds. West Conshohocken PA: Fretting Fatigue: Current Technology and Practices, ASTM STP 1367, 1999.
- [38] M. DUBOURG, A. CHATEAUMINOIS, and B. VILLECHAISE, "In situ analysis and modeling of crack initiation and propagation within model fretting contacts using polymer materials," *Tribology International*, vol. 36, pp. 109-119, 2003.
- [39] J. LAMETHE, P. SERGOT, A. CHATEAUMINOIS, and B. BRISCOE, "Contact fatigue behaviour of glassy polymers with improved toughness under fretting wear conditions," *Wear*, vol. 255, pp. 758-765, 2003.
- [40] J. ARCHARD, "Contact and rubbing of flat surfaces," *Journal of Applied Physics*, vol. 24, pp. 981-988, 1953.
- [41] M. GODET, "The third body approach, a mechanical view of wear," *Wear*, vol. 100, pp. 437-452, 1984.

- [42] Y. BERTHIER, L. VINCENT, and M. GODET, "Velocity accommodation in fretting," *Wear*, vol. 125, pp. 25-38, 1988.
- [43] R. HOLM, *Electric contacts*, A. a. W. Boktryckeri, Ed. Uppsala, 1946.
- [44] M. SHAW, "Dimensional analysis for wear systems," *Wear*, vol. 43, pp. 263-266, 1977.
- [45] I. HUTCHINGS, *Tribology: Friction and Wear of Engeneering Materials*. Boca Raton: CRC Press, 1992.
- [46] L. JOHANSSON, "Model and numerical algorithm for sliding contact between two elastic half-planes with frictional heat generation and wear," *Wear*, vol. 160, no. 1, pp. 77-93, 1993.
- [47] E. RABINOWICZ, *Friction and wear materials*, Wiley, Ed. New York, 1965.
- [48] T. MULHEARN and L. SAMUELS, "The abrasion of metals: A model of the process," *Wear*, vol. 5, pp. 478-498, 1962.
- [49] M. MOORE, "Abrasive wear," in *Fundamentals of friction and wear*, D. RIGNEY, Ed.: American Society of Metals, Metals Park, OH, 1980, p. 73.
- [50] I. GORYACHEVA, P. RAJEEV, and T. FARRIS, "Wear in Partial Slip Contact," *Journal of Tribology*, vol. 123, pp. 848-856, 2001.
- [51] T. DICK, C. PAULIN, G. CAILLETEAU, and S. FOUVRY, "Experimental and numerical analysis of local and global plasticity behaviour in fretting wear," *Journal of Tribology*, 2005.
- [52] S. FOUVRY, P. DUO, and P. PERRUCHAUT, "A quantitative approach of Ti-6Al-4V fretting damage: friction, wear and crack nucleation," *Wear*, vol. 185, no. Issues 9-10, pp. 916-929, 2004.
- [53] V. FRIDRICI, S. FOUVRY, and P. KAPSA, "Fretting wear behaviour of a Cu-Ni-In plasma coating," *Surface and Coatings Technology*, vol. 163-164, pp. 429-434, 2003.
- [54] S. FOUVRY and P. KAPSA, "An energy description of hard coating wear mechanisms," *Surface and Coatings technology*, vol. 138, pp. 141-148, 2001.
- [55] S. FOUVRY, P. KAPSA, and L. VINCENT, "Fretting wear and fretting fatigue: relation through a mapping concept in Fretting fatigue:current technology and practices," *ASTM STP*, vol. 1367, pp. 49-64, 2000.
- [56] C. TURKI, "Methodologie d'analyse du comportement sous faibles debattements de

- contacts composite/metal: application au cas d'unidirectionnels verre-epoxy," Ecole Centrale de Lyon, Lyon, thèse 96-57, 1996.
- [57] M. DAOUD, "Comportement tribologique de composites unidirectionnels verre E/epoxy sous sollicitation de fretting," Thèse de l'Ecole Centrale de Lyon 96-50, 1996.
- [58] T. TSUKIZOE and N. OHMAE, , K. FRIEDRICH, Ed. Amsterdam: Elsevier Science Publishers, 1986, p. 205.
- [59] K. FRIEDRICH, *Friction and wear of polymer composites*, Elsevier ed., K. Friedrich, Ed. Amsterdam, 1986.
- [60] H. SHIM, O. KWON, and J. YOUNG, "Friction and wear behavior of graphite fiber-reinforced composites," *Polymer Composites*, vol. 11, no. 6, p. 337, 1990.
- [61] H. CHANG, "Wear characteristics of composites: Effect of fiber orientation," *Wear*, vol. 85, pp. 81-91, 1983.
- [62] N. SUNG and N. SUH, "Effect of fiber orientation on friction and wear of fiber reinforced polymeric composites," *Wear*, vol. 53, pp. 129-141, 1979.
- [63] F. BOWDEN and D. TABOR, *Friction. An Introduction to Tribology*. new York: Anchor Press, 1973.
- [64] N. OHMAE, K. KOBAYASHI, and T. TSUKISOE, "Characteristics of fretting of carbon reinforced plastics," *Wear*, vol. 29, pp. 345-353, 1974.
- [65] K. MAKINSON and D. TABOR, in *Proc. R. Soc.*, vol. Ser. A, 281, London, 1964, p. 49.
- [66] K. TANAKA, Y. UCHIYAMA, and S. TOYOOKA, *Wear*, vol. 23, p. 153, 1973.
- [67] B. BRISCOE and A. SMITH, *Reviews on the Deformation Behavior of Materials III*, vol. 3, p. 151, 1980.
- [68] B. BRISCOE and D. TABOR, *J. Adhes.*, vol. 9, p. 145, 1978.
- [69] B. BRISCOE and D. TABOR, *J. Phys. D.*, vol. 15, p. 579, 1982.
- [70] B. BRISCOE and D. TABOR, *J. Appli. Polym. Sci.*, vol. 28, p. 3827, 1983.
- [71] N. DAHMANI, "Etude du comportement de l'interface métal/polymère en usure induite en petits débattements," Thèse de l'Ecole Centrale de Lyon 90-09, 1990.
- [72] N. WADA and Y. UCHIYAMA, *Wear*, vol. 162-164, pp. 930-938, 1993.

- [73] T. TSUKIZOE and N. OHMAE, in *Proc. 4th Natl. 1st Int. Conf. Composite Mater.*, Naples, 1980, p. 11.
- [74] B. BRISCOE and L. S. T. YAO, "The friction and wear of poly(tetrafluoroethylene)-poly(etheretherketone) composites: an initial appraisal of the optimum composition," *Wear*, vol. 108, pp. 357-374, 1986.
- [75] A. ELEICHE and G. AMIN, "The effect of unidirectional cotton fiber reinforcement on the friction and wear characteristics of polyester," *Wear*, vol. 112, pp. 67-78, 1986.
- [76] K. FRIEDRICH and O. JACOBS, "On wear synergism in hybrid composites," *Composites Science and Technology*, vol. 43, pp. 71-84, 1992.
- [77] M. ZAMZAM, "The wear resistance of glass fiber reinforced epoxy composites," *Jour. of Materials Science*, vol. 25, pp. 5279-5283, 1990.
- [78] Z. ELIEZER, V. KHANNA, and M. AMATEU, *Wear*, vol. 51, p. 169, 1978.
- [79] J. GILTROW and J. LANCASTER, *Wear*, vol. 16, p. 359, 1970.
- [80] J. GILTROW, *Composites*, p. 55, Mars 1973.
- [81] K. FRIEDRICH, J. KARGER-KOCSIS, T. SUGIOKA, and M. YOSHIDA, *Wear*, vol. 158, p. 157, 1992.
- [82] P. HERRINGTON and M. SABBAGHIAN, *Composites*, vol. 22, no. 6, p. 418, Novembre 1991.
- [83] K. FRIEDRICH, J. KARGER-KOCSIS, and Z. LU, *Wear*, vol. 148, pp. 235-247, 1991.
- [84] P. BLANCHARD, C. COLOMBIER, V. PELLERIN, S. FAYEULLE, and L. VINCENT, "Material effect in fretting wear: application to iron, titanium and aluminium alloys," *Mettallurgica transaction*, vol. 22A, pp. 1535-1544, 1991.
- [85] S. GUZOWSKI, "Effect of contact interaction in clamped joints on fretting wear development," *Tribologia*, vol. 5, pp. 698-707, 1998.
- [86] P. BOURBAN, L. CARLSSON, J. MERCIER, and J.-A. E. MANSON, *Matériaux composites à matrice organique. Constituants, procédés, propriétés*. Lausanne, Suisse: Presses polytechniques et universitaires romandes, 2004.
- [87] "HexPly M61," Hexcel company, Product Data 2006.
- [88] "HexTow AS4," Hexcel company, Product Data 2010.
- [89] "HexTOOL User Guide," Hexcel company, 2005.

- [90] "Prepreg Technology," Hexcel company, 2005.
- [91] R. RIESEN, *Collected Applications Thermal Analysis. Thermosets. Vol.1.*: Metler Toledo Collected Applications.
- [92] J. PEREZ, *Matériaux non cristallins et science du désordre*. Lausanne: Presses polytechniques et universitaires romandes, 2001.
- [93] S. ETIENNE, J. CAVAILLE, J. PEREZ, and M. SALVIA, "Automatic system for analysis of micromechanical properties," *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 53, pp. 1261-1266, 1982.
- [94] J. CAVAILLE, "Etude par spectrométrie mécanique de la mobilité moléculaire dans des alliages de polymères non cristallins de compatibilité différente," thèse de INSA de Lyon 1987.
- [95] P. PERRET, "Caractérisation des réseaux polyépoxy. Etude des zones interfaciales dans les composites unidirectionnels fibres de carbone/matrice polyépoxy DGEBA-DDM," Lyon I, thèse de l'Université Claude Bernard 1988.
- [96] L. STRUICK, "Effect of thermal history on secondary relaxation processes in amorphous polymers," *Polymer*, vol. 28, pp. 57-68, 1987.
- [97] D. COLOMBINI, J. MARTINEZ-VEGA, and G. MERLE, "Influence of hydrothermal ageing and thermal treatments on the viscoelastic behaviour of DGEBA-MCDEA epoxy resin," *Polymer Bulletin*, no. 48, pp. 75-82, 2002.
- [98] V. GUPTA, L. DRZAL, C. LEE, and M. RICH, "Temperature dependence of some mechanical properties of a cured epoxy resin system," *Polymer engineering and science*, vol. 25, no. 13, pp. 812-823, 1985.
- [99] M. SCHIMBO, M. OCHI, and M. YOSHIZUMI, "Mechanical and dielectric relaxations of epoxyde resins containing the spiro-ring structure - II. Effects of the introduction of methoxy branches on low-temperature relaxations of epoxy resins," *Journal of polymer science- polymer physics*, vol. 25, pp. 1817-1827, 1987.
- [100] L.-R. BAO, A. YEE, and C. Y.-C. LEE, "Moisture absorption and hydrothermal aging in a bismaleimide resin," *Polymer*, no. 42, pp. 7327-7333, 2001.
- [101] Y. LI, J. MIRANDA, and H.-J. SUE, "Hydrothermal diffusion behaviour in bismaleimide resin," *Polymer*, no. 42, pp. 7791-7799, 2001.
- [102] K. SHYMANSKA, Thèse en cours 2011.

- [103] H. HERTZ, "Über die Berührung fester elastischer Körper," Thèse 1882.
- [104] R. YOUNES, "Approches en Démarches pour l'Optimisation en Mécanique non linéaire," Rapport d'activité scientifiques 2007.
- [105] T. HOBBIEBRUNKEN, B. FIEDLER, M. HOJO, S. OCHIAI, and K. SCHULTE, "Microscopic yielding of CF/epoxy composites and the effect on the formation of thermal residual stresses," *Composite Science and Technology*, no. 65, pp. 1626-1635, 2005.
- [106] R. GERLACH, C. SIVIOUR, N. PETRINIC, and J. WIEGAND, "Experimental characterization and constitutive modelling of RTM-6 resin under impact loading," *Polymer*, no. 49, pp. 2728-2737, 2008.
- [107] L. POUSSARD, "Polybismaléimides (BMI)," *Téchnique d'ingénieur*, vol. 3, no. 485, pp. 1-15, 2007.
- [108] S. TEREKHINA, S. FOUVRY, M. SALVIA, and I. BULANOV, "An indirect method based on fretting tests to characterize the elastic properties of materials: Application to an epoxy resin RTM6 under variable temperature conditions," *Wear*, no. 269, pp. 632-637, 2010.
- [109] *ABAQUS Software, User's Manuel. Version 6.6.*: Karlsson and Sorensen Inc., Hibbitt, 2006.
- [110] C. PAULIN, S. FOUVRY, and C. MEUNIER, "Finite element modeling of fretting wear surface evolution: application to a Ti-6Al-4V contact," *Wear*, no. 264, pp. 26-36, 2008.
- [111] C. TSAI and S. MALL, "Elasto-plastic finite element analysis of fretting stresses in prestressed strip in contact with cylindrical pad," *Finite Elem. Anal. Des.*, no. 36, pp. 171-187, 2000.
- [112] C. WHITE, M. VANLANDINGHAM, P. DRZAI, N.-K. CHANG, and S.-H. CHANG, "Viscoelastic characterization of polymers using instrumented indentation. II. Dynamic Testing," *Wiley InterScience*, doi: 10.1002/polb. 20455.
- [113] M. ZHAO, N. OGASAWARA, and X. CHEN, "A new approach to measure the elastic-plastic properties of bulk materials using spherical indentation," *Acta Mater.*, no. 54, pp. 23-32, 2006.
- [114] L. FARRISSEY and P. McHUGH, "Determination of elastic and plastic material



- properties using indentation: development of method and application to a thin surface coating," *Mater. Sci. Eng. A*, no. 399, pp. 254-266, 2005.
- [115] H. LU, B. WANG, J. Ma, G. HUANG, and H. VISWANATHAN, "Measurement of creep compliance of solid polymers by nanoindentation," *Mech. Time-Dependent Mater.*, no. 7, pp. 189-207, 2003.
- [116] W. OLICER and G. PHARR, "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation measurements," *J. Mater. Res.*, vol. 7, no. 6, pp. 1564-1583, 1992.
- [117] J. GREENWOOD and J. TRIPP, "The elastic contact of rough spheres," *ASME J. Appl. Mech.*, no. 34, pp. 153-160, 1967.
- [118] M. CIAVARELLA, "The generalized Cattaneo partial slip plane contact problem. I-Theory," *Int. J. Solids Struct.*, vol. 35, no. 18, pp. 2349-2362, 1998.
- [119] J. VOISIN, "Méthodologie pour l'étude de l'endommagement d'un contact tube-grille," Thèse ECL 1992.
- [120] O. VINGSBO and J. SCHON, "Gross slip criteria in fretting," *Wear*, no. 162-164, pp. 347-356, 1993.
- [121] S. FOUVRY, P. KAPSA, and L. VINCENT, "Détermination de la transition entre glissement partiel et glissement total," *C.R. Acad. Sci. Paris, série II*, vol. 318, pp. 1015-1018, 1994.
- [122] B. J. BRISCOE and A. CHATEAUMINOIS, "Measurements of friction-induced surface strains in a steel/polymer contact," *Tribology International*, vol. 35, pp. 245-254, 2002.
- [123] R. MORGAN, E. SHIN, B. ROSENBERG, and A. JUREK, "Characterization of the cure reactions of bismaleimide composite matrices," *Polymer*, vol. 38, no. 3, pp. 639-646, 1997.
- [124] S. TEREKHINA, M. SALVIA, and S. FOUVRY, "Contact fatigue and wear behaviour of bismaleimide polymer subjected to fretting loading under various temperature conditions," *Tribology International*, 2011.
- [125] J.F. MANDELL, "Fatigue behaviour of short fiber composite materials," *Fatigue of composite materials*, edited by K.L. Reifsnider, editor Elsevier, Amsterdam-Oxford-New York - Tokyo, vol. 4, 1991.

- [126] S. FOUVRY, K. ELLEUCH, and G. SIMEON, "Prediction of crack nucleation under partial slip fretting conditions," *J. Strain Analysis*, vol. 37, no. 6, 2002.
- [127] T. LISKIEWICZ and S. FOUVRY, "Development of a friction energy capacity approach to predict the surface coating endurance under complex oscillating sliding conditions," *Tribology International*, no. 38, pp. 69-79, 2005.
- [128] J. DENAPE and J. LAMON, "Sliding Friction of Ceramics : Mechanical Action of the Wear Debris," *Journal of Materials Science*, no. 25, pp. 3592-3604, 1990.
- [129] J.-M. GEORGES, *Frottement, usure et lubrification. Tribologie ou science des surfaces*, Eyrolles ed., 2000.
- [130] D. JOYEUX, "Détermination de la température des structures métalliques en situation d'incendie selon l'eurocode 3," *Revue Construction Métallique*, 1999.
- [131] L. MERAD, "Etude par Spectroscopie Raman et modélisation d'une résine composite RTM," Thèse de l'Université Paul Verlaine de Metz 2010.
- [132] G. TRIPATHI and D. SRIVASTAVA, "Effect of Carboxyl-Terminated poly (Butadiene-co-Acrylonitrile) (CTBN) Concentration on Thermal and Mechanical Properties of Binary Blends of Diglycidyl Ether of Bisphenol-A (DGEBA) Epoxy Resin," *Material Science and Engineering A*, vol. 443, pp. 262-269, 2007.
- [133] I. VIJAY and G. PALMESE, "Influence of Tetra Hydrofuran on Epoxy-Amine Polymerization," *Macromolecules*, vol. 38, pp. 6923-6930, 2005.
- [134] L. PANN and H. WANG, *Epoxy Resin*, 0412540207th ed., S. Peters, Ed. London: Chapman and Hall, 1998.



# **ANNEXES**

# ANNEXE I

## *DEFINITION DU COMPOSITE*

Un composite est un matériau qui diffère des matériaux macroscopiquement homogènes habituels comme les métaux et les polymères. Il comprend des fibres continues ou coupées d'un matériau résistant (renfort) qui sont noyées dans une matrice dont la résistance mécanique est beaucoup plus faible comme les matrices organiques [131].

Les deux types de résine qui sont, actuellement, utilisées comme les matrices organiques présentent des propriétés foncièrement différentes [132]:

### - *Résines thermoplastiques*

L'Emploi des Polymères ThermoPlastiques (TP), renforcés avec des fibres courtes (et prochainement, avec des fibres longues) se développe fortement. Les polymères thermoplastiques ont une structure linéaire ; ils sont mis en forme par chauffage (les chaînes se plient), et durcissent au cours du refroidissement (les chaînes se bloquent). La transformation est réversible [133].

### - *Résines thermodurcissables*

Les résines ThermoDurcissables (TD) sont, en général, associées à des fibres longues. Les polymères thermodurcissables ont la forme d'un réseau tridimensionnel ; au cours de la polymérisation, ce réseau se pont (double liaison de polymérisation) et durcit de façon définitive lors du chauffage selon la forme souhaitée. La transformation est irréversible [134].

Il existe plusieurs types d'arrangements de fibres. Le rôle de la matrice est double :

- Elle conserve la disposition des fibres,
- Elle transmet les sollicitations auxquelles est soumise la pièce.

Un composite est très hétérogène et fortement anisotrope. Contrairement aux matières premières classiques dont on connaît à l'avance les caractéristiques mécaniques, celles des

composites ne sont réellement connues qu'après fabrication, car on réalise, en même temps, le matériau et le produit. Actuellement, les composés à matrice organique représentent plus de 99% des matériaux composites.

On peut définir deux types de composites :

- ***Composites de Grande Diffusion GD***

Les plus courants, proviennent essentiellement du couple fibre de verre E/polystère, ou verreE/Technopolymère, avec un taux de renforcement voisin de 30 % (en masse). Ils représentent actuellement les plus gros volumes d'emploi avec un bon compromis performance/coût voisin du coût du matériau de base.

- ***Composites de Haute Performance HP***

Encore, peu développés, ils sont issus surtout des associations de fibres longues de verre R, carbone ou aramide (kevlar) avec des résines époxydes, et des taux élevés de renfort, supérieure à 50%. Leurs propriétés, en particulier la résistance mécanique est supérieure à celle des matériaux conventionnels.

### ***Architecture de renforcement***

Afin d'améliorer les caractéristiques mécaniques des structures en composites, il est nécessaire de jouer sur la texture des renforts (leur architecture) pour créer une charpente résistante adaptée aux contraintes mécaniques. En fonction des propriétés recherchées, on rencontre plusieurs architectures de renforcements (Figure I-1).

- ***Unidirectionnelle à fibres continues***

Les fibres sont orientées dans une même direction ; elles sont parallèles et peuvent se présenter sous deux formes :

- Sans liaison particulière (roving);
- Reliées par un fil (nappes).

Un composite unidirectionnel à fibres continues est hautement anisotrope. Les modules et les résistances dans la direction des fibres sont élevés et gouvernés par ceux des

fibres, tandis que les propriétés mécaniques dans le sens transverse à la direction des fibres sont de l'ordre de grandeur de celles de la matrice.

- **Multidirectionnelle aléatoire**

Il est possible de fabriquer des composites avec des fibres disposées dans trois directions. Par construction tous les composites sont fortement anisotropes, puisque la rigidité et la résistance des fibres sont de l'ordre de 50 à 100 fois supérieures à celles des résines [133].

Elles peuvent se présenter sous les formes :

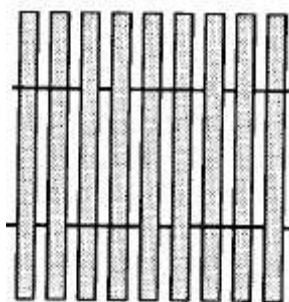
- Fibres coupées et broyées, sans arrangement particulier,
- Feutre de fibres agglomérées par un liant : le mat peut être à fibres courtes (Longueur inférieure à 50 mm), sans orientation particulière ou à fibres continues.

- **Orientée**

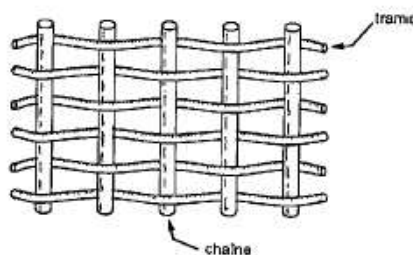
Le tissu comporte des fils de chaîne ou de trame (fibres bidirectionnelles) ; suivant le mode de croisement de la trame et de la chaîne, le tissu sera une toile, un sergé ou un satin.

On réalise également, pour des applications particulières (aérospatiale, défense), des armatures de renforcements bi-ou tridimensionnelles. On réalise aussi des plaques ou coques dont la raideur et la résistance varient avec la direction de la sollicitation [133].

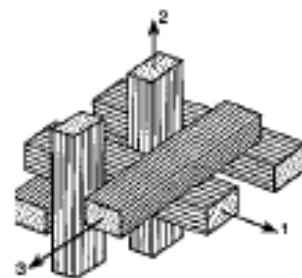
*Unidirectionnelle*



*Bi-directionnelle*



*Multidirectionnelle*



*Fig. I-1 : Principales orientations des fibres*

## ANNEXE II

### PREPARATION DU « SAC A VIDE » ET REALISATION DU PROTOCOLE DE LA CUISSON ET POST-CUISSON DE COMPOSITE HEXTOOL™

Afin de préparer bien le « sac à vide », les produits suivants (de bas en haut) sont nécessaires à utiliser, comme c'est illustré sur la fig. II-1 :

1. Un agent démoulant type Frecote® 700-NC, permet de démouler la pièce composite de l'outillage,
2. Un tissu de délaminage qui support la température de cuisson de 200°C, permet l'évacuation des volatils et de l'excès de matrice durant la cuisson,
3. Un tissu de pompage à base d'un pli de 105 g/m<sup>2</sup> de tissu de verre, permet de pomper l'excédent de matrice.
4. Un film démoulant qui contrôle le flot de matrice et est perforé pour permettre le passage de l'air et des volatils dans le tissu de drainage.
5. Un tissu de drainage est principal moyen pour appliquer le vide et évacuer l'air et les volatils emprisonnés dans l'empilage.
6. Une retenue de bord qui retient le flot résineux et maintient la forme de la pièce.
7. Une vessie/ mastic permettant l'étanchéité pour créer le vide et former le sac à vide.

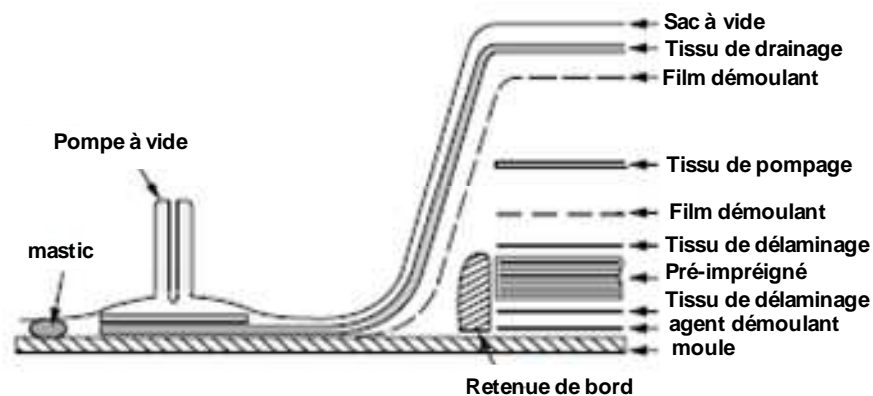


Fig. II-1 : la technique du sac à vide



### **Procédé en autoclave.**

Une fois que l'étanchéité du sac à vide est vérifiée, on place les pré-imprégnés préparés dans l'autoclave et on suit le protocole de cuisson défini ci-dessous :

- Appliquer le vide (>0,85 bar),
- Chauffer l'ensemble jusqu'à 135 °C en respectant une vitesse de montée de 0,5-2 °C/min,
- Maintenir la température à 135°C pendant 30 minutes,
- Appliquer une pression de 7 bars;
- Réchauffer l'ensemble jusqu'à 190°C avec une vitesse de chauffage de 0,25 – 1 °C/min ;
- Maintenir la température à 190°C pendant 240 minutes (4 heures) ;
- Refroidir jusqu'à 150 °C avec une vitesse de refroidissement de 0,5 °C/min ;
- A partir de 150 °C refroidir jusqu'à 60 °C avec une vitesse de refroidissement de 1 °C/min ;
- A 60 °C relâcher la pression et le vide.

### **Post-cuisson.**

Après application du protocole cité ci-dessus en autoclave, le composite subit un deuxième protocole dit de post-cuisson réalisé hors autoclave :

- Chauffer le composite jusqu'à 150°C à une vitesse de 0,5-2°C/min,
- Puis jusqu'à 220°C à une vitesse 0,25-1 °C/min,
- Maintenir à 220°C pendant 16 heures,
- Refroidir jusqu'à 150°C à une vitesse 0,5°C/min,
- Refroidir jusqu'à 60°C à une vitesse 1°C/min.

## ANNEXE III

### ANALYSE THERMOMÉCANIQUE STATIQUE

#### *III.1. Principe de fluage 3 points*

L'essai de fluage ou de retard consiste à appliquer brutalement sur un matériau une contrainte maintenue ensuite constante sur une durée suffisamment longue. La déformation résultante, fonction du temps, est enregistrée :

- un solide parfaitement élastique (hookéen) se déforme instantanément; la déformation élastique est réversible et indépendante du temps;
- un fluide parfaitement visqueux (newtonien) se déforme progressivement et linéairement en fonction du temps ; la déformation visqueuse est irréversible ;
- un matériau macromoléculaire exhibe des propriétés mécaniques situées entre ces deux cas idéaux, c'est pourquoi il est nommé viscoélastique; il possède une composante élastique et une composante visqueuse.

La complexité de ce comportement peut être illustrée par des expériences simples :

- Un polymère soumis à une contrainte constante au cours du temps se déforme continuellement (fluage).
- La contrainte nécessaire pour maintenir une déformation constante au cours du temps diminue (relaxation).
- Si on applique une sollicitation sinusoïdale  $\sigma$ , la réponse  $\varepsilon$  est observée avec un déphasage  $\delta$  : on n'est alors ni dans le cas d'un solide idéalement élastique ( $\delta=0^\circ$ ), ni dans le cas d'un liquide purement visqueux ( $\delta=90^\circ$ ). Le déphasage est intermédiaire, c'est-à-dire qu'une partie de l'énergie est conservée, tandis que l'autre est dissipée sous forme de chaleur.

En effet, pour une durée de sollicitation très courte, un polymère amorphe linéaire adopte un comportement vitreux (élastique). À l'inverse, pour une durée d'application de la contrainte très longue, il a un comportement visqueux avec possibilité d'écoulement. Le

## Annexe III

---

fluage a pour origine le phénomène de glissement des chaînes macromoléculaires les unes par rapport aux autres.

Dans ce type d'essai, on peut déterminer la complaisance de fluage, définie par le rapport de la déformation sur la contrainte imposée (fig. III-1).

La déformation  $\varepsilon(t)$  peut se composer en plusieurs parties distinctes :

- Une déformation instantanée  $\varepsilon_0$ , qui se produit dès l'application de la contrainte au temps  $t_0$ . Cette déformation fait intervenir une composante élastique  $\varepsilon_e$ , et dans certains cas, une composante plastique  $\varepsilon_p$  (selon le niveau de contrainte considéré). On peut ainsi écrire :  $\varepsilon_0 = \varepsilon_e + \varepsilon_p$ .
- Une déformation dite « différée », ou déformation de fluage,  $\varepsilon_f(t)$ , constituée d'une composante viscoélastique (linéaire ou non) également appelée anélastique  $\varepsilon_{ve}(t)$ , et selon les conditions de sollicitations, d'une composante viscoplastique,  $\varepsilon_{vp}(t)$  :

$$\varepsilon_f(t) = \varepsilon_{ve}(t) + \varepsilon_{vp}(t).$$

Si l'on supprime instantanément la contrainte, la recouvrance de la déformation peut se décomposer de la façon suivante :

- Recouvrance instantanée de la déformation élastique  $\varepsilon_e$ .
- Recouvrance différée, au cours du temps, de la déformation viscoélastique  $\varepsilon_{ve}(t)$ . Le temps nécessaire à cette recouvrance est en général supérieur au temps de fluage et dépend des conditions d'essais.

La déformation permanente (non recouvrable) observée en fin de recouvrance est due aux déformations plastique et viscoplastique accumulées pendant l'essai de fluage, et/ou à l'apparition et à la croissance d'endommagements au sein du matériau.

De nombreux paramètres expérimentaux ont une forte influence sur le fluage de matériaux composite à matrice organique. Ils peuvent être classés de la façon suivante :

- Les constituants du composite (fibres, matrice, interface),
- La « configuration », ou architecture, de l'échantillon : orientation des fibres par rapport à l'axe de la sollicitation mécanique, séquence d'empilement,
- Les conditions de sollicitation : contrainte appliquée, température, humidité.

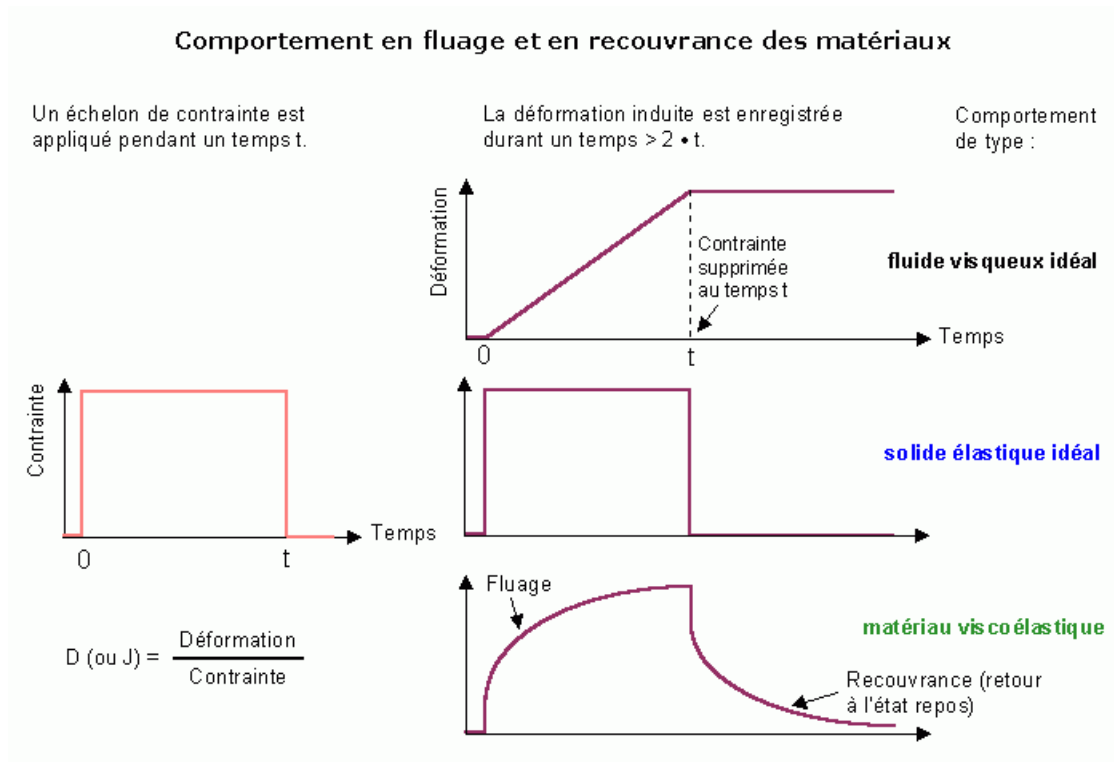


Fig. III-1 : Comparaison adimensionnelle des courbes de fluage et de recouvrance en suivant l'évolution de la complaisance en traction  $D(t)$  ou en cisaillement  $J(t)$  en fonction du temps.

### III.2. Fluage de la matrice BMI pour différentes températures

Les essais de spectrométrie mécanique DMA 50 Metravib 0,1dB ont permis de suivre la déformation d'un échantillon soumis à une charge constante (fluage) puis à une décharge (recouvrance) en condition isotherme. Le mode de sollicitation retenu est la flexion trois points rapproché (la distance entre les appuis est 28 mm) pour mieux s'approcher vers l'effet de cisaillement qui nous intéresse dans ce travail. L'épaisseur et le largeur de nos éprouvettes sont 1 x 4,1 mm. Le temps d'essai est de 10 minutes et le temps de recouvrance est de 20 minutes respectivement. La figure III-2 montre l'évolution de la contrainte (52MPa) et de la déformation en fonction du temps pour les différentes températures (20°C, 90°C, 140°C et 190°C). Comme on peut remarquer le fluage devient important à partir de 90°C et arrive à son état critique à 190°C. La déformation permanente à cette température observé à la fin de recouvrance est égale à 0,18% et due aux déformations viscoplastiques accumulées pendant l'essai de fluage.

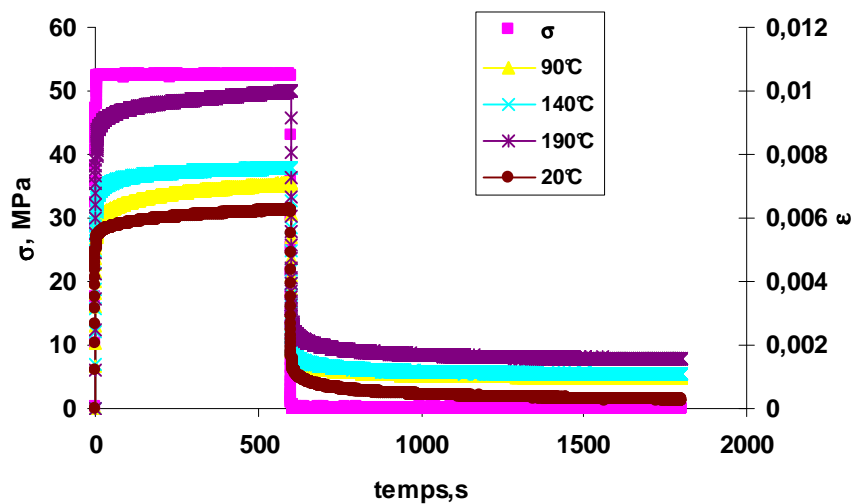


Fig. III-2 : Comportement au fluage de la matrice BMI

### II.3. Fluage de composite HexTOOL™ pour différentes températures

Les mêmes essais de fluage, réalisés avec la même sollicitation (trois points approchés) ont été menés pour le composite HexTOOL™. L'épaisseur et le largeur de nos éprouvettes sont 1,2 x 4,1 mm.

La figure III-3 montre l'évolution de la contrainte appliquée (260MPa) et de la déformation en fonction du temps pour les différentes températures (20°C, 90°C, 140°C, 190°C et 240°C). La même constatation que pour le cas de la matrice BMI est observée. Le fluage devient important à partir de 90°C et arrive son état critique à 240°C. La déformation permanente observée à cette température à la fin de recouvrance est moins importante et est égale à 0,1%. Cela suppose que notre composite a un comportement viscoélastique.

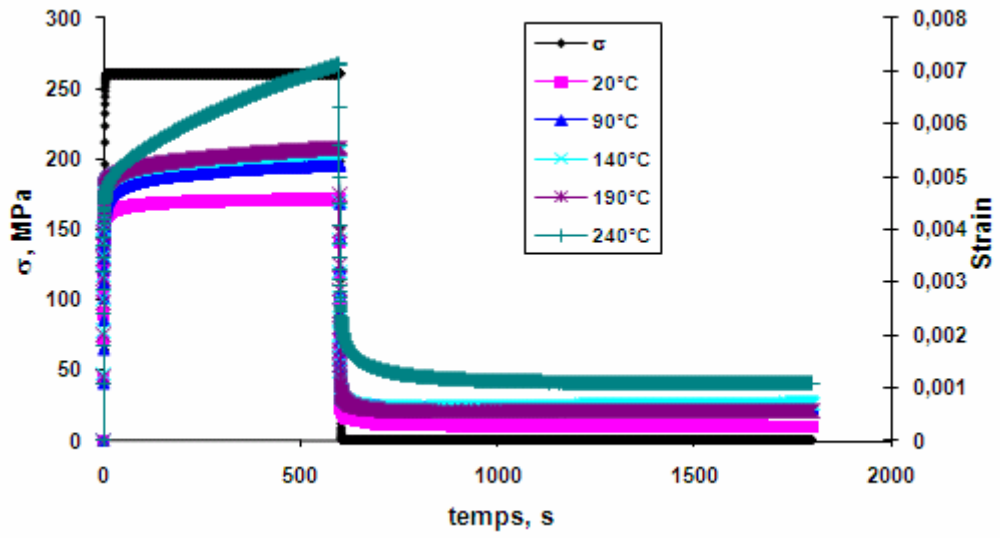


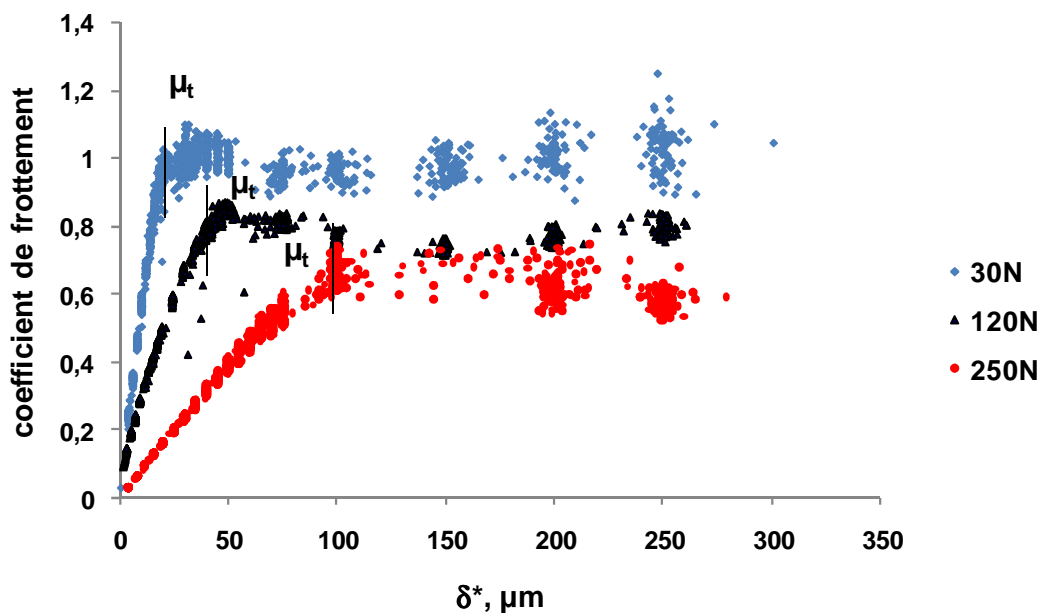
Fig. III-3 : Comportement au fluage du composite HexTOOL<sup>TM</sup>

## ANNEXE IV

### *DONNEES EXPERIMENTALES DE COEFFICIENT DE FROTTEMENT A LA TRANSITION ET COEFFICIENT DE FROTTEMENT STABILISE DES MATERIAUX ETUDIES*

#### *IV-1. Coefficient de frottement à la transition*

##### *IV.1.1. Résines RTM6 et BMI*



*Fig. IV-1 : Méthode de débattement variable – définition du coefficient de frottement à la transition de glissement de la résine RTM6 pour différentes forces normales à 90°C*

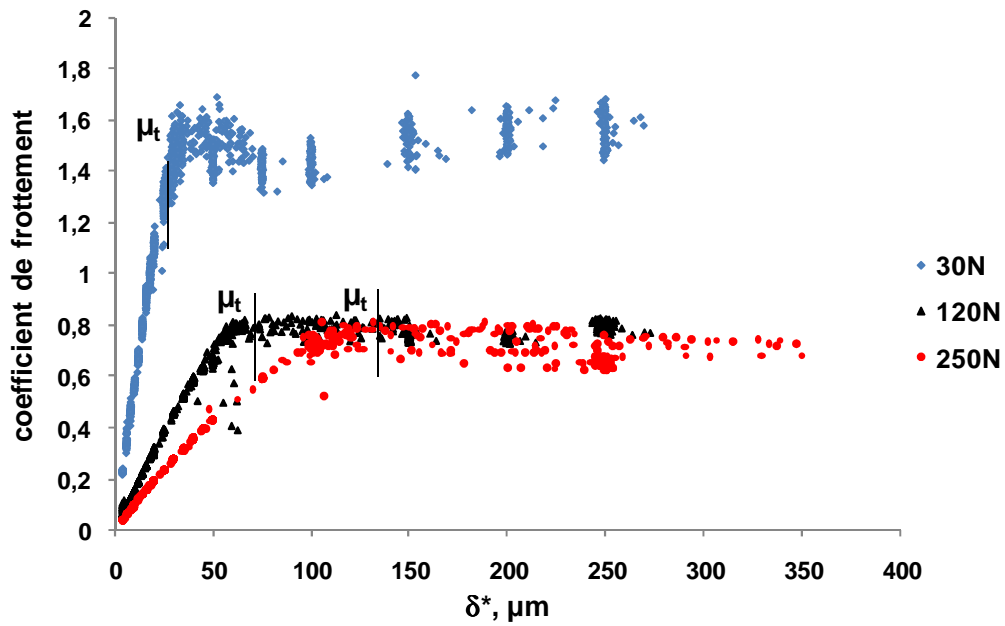


Fig.IV- 2 : Méthode de débattement variable –définition du coefficient de frottement à la transition de glissement de la résine RTM6 pour différentes forces normales à 215°C

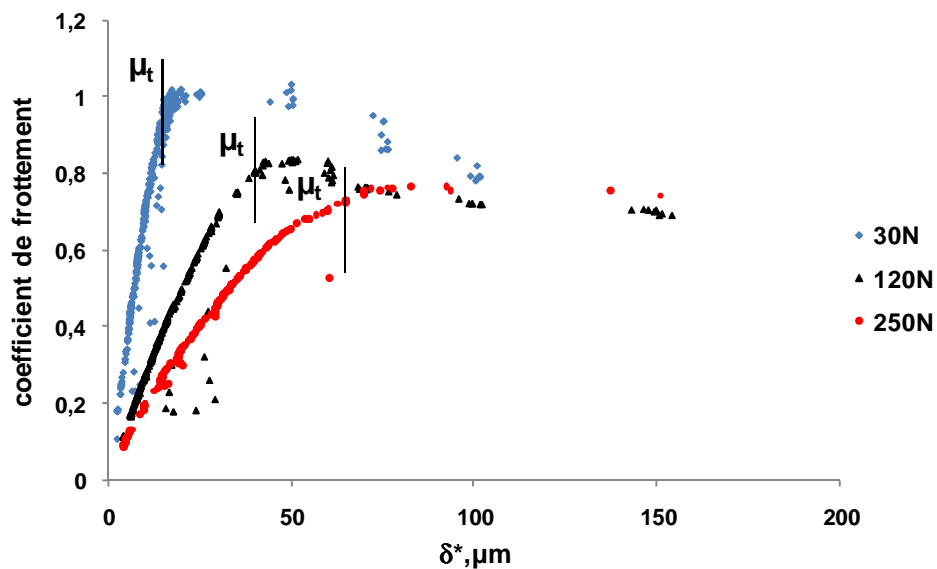


Fig. IV-3 : Méthode de débattement variable – définition du coefficient de frottement à la transition de glissement de la résine BMI pour différentes forces normales à la température ambiante



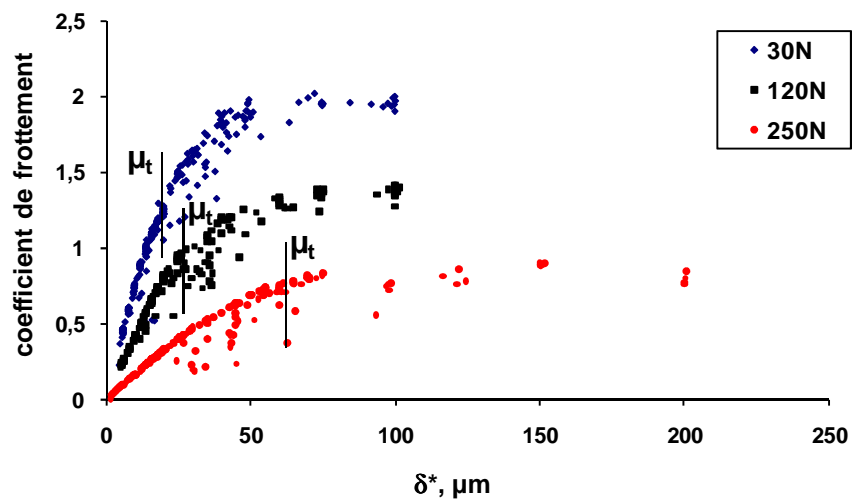


Fig. IV-4: Méthode de débattement variable –définition du coefficient de frottement à la transition de glissement de la résine BMI pour différentes forces normales à 90°C

#### IV.1.2. Composite HexTOOL™

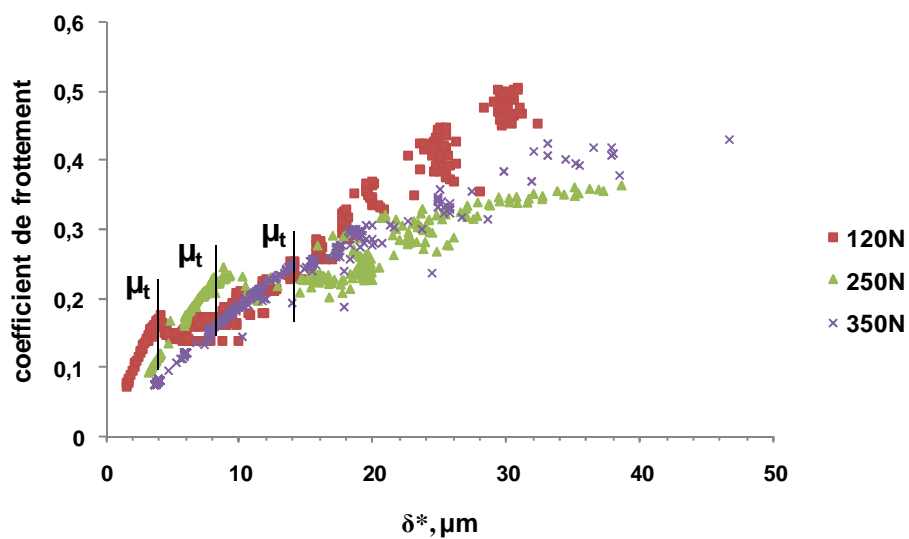


Fig. IV-5: Méthode de débattement variable –définition du coefficient de frottement à la transition de glissement de composite HexTOOL™ pour différentes forces normales à la température ambiante

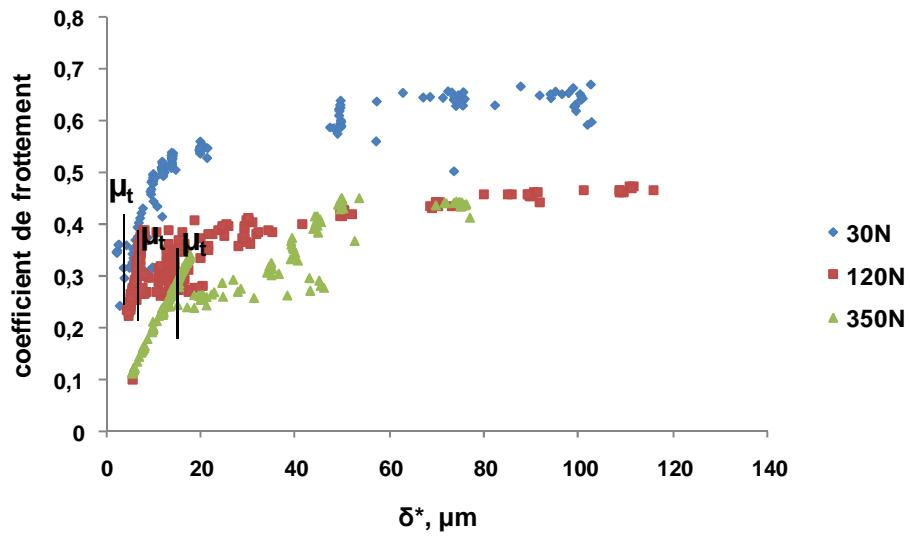


Fig. IV-6: Méthode de débattement variable – définition du coefficient de frottement à la transition de glissement de composite HexTOOL<sup>TM</sup> pour différentes forces normales à 90°C

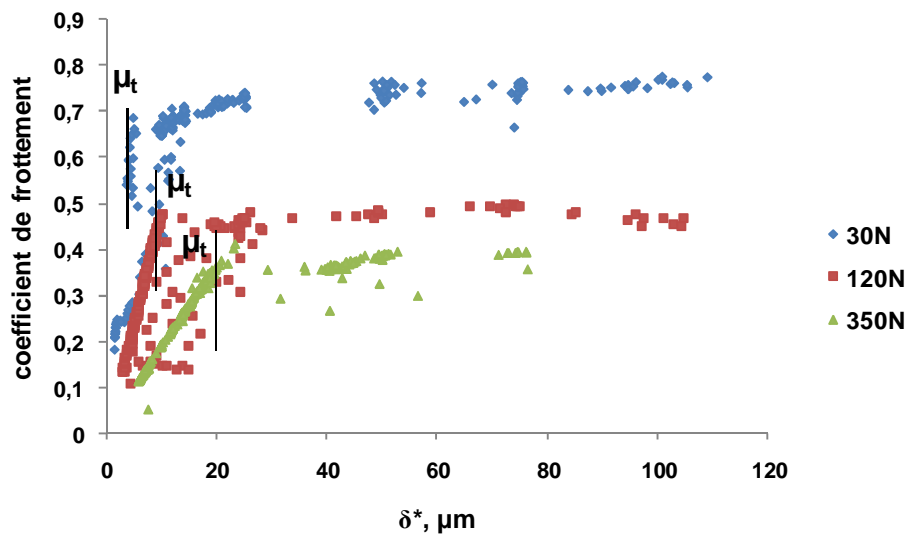


Fig. IV-7: Méthode de débattement variable – définition du coefficient de frottement à la transition de glissement de composite HexTOOL<sup>TM</sup> pour différentes forces normales à 190°C

## IV-2. Coefficient de frottement stabilisé des résines étudiées

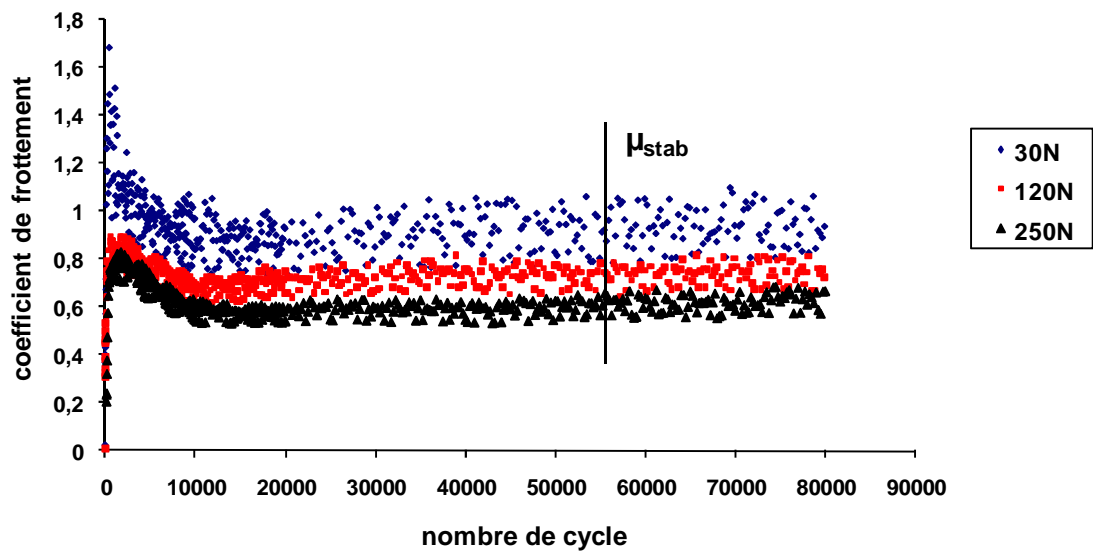


Fig. IV-8: Définition du coefficient de frottement stabilisé de la résine RTM6 dans le régime de glissement total pour différentes forces normales appliquées à 90°C ( $\delta^* = \pm 200\mu m$ )

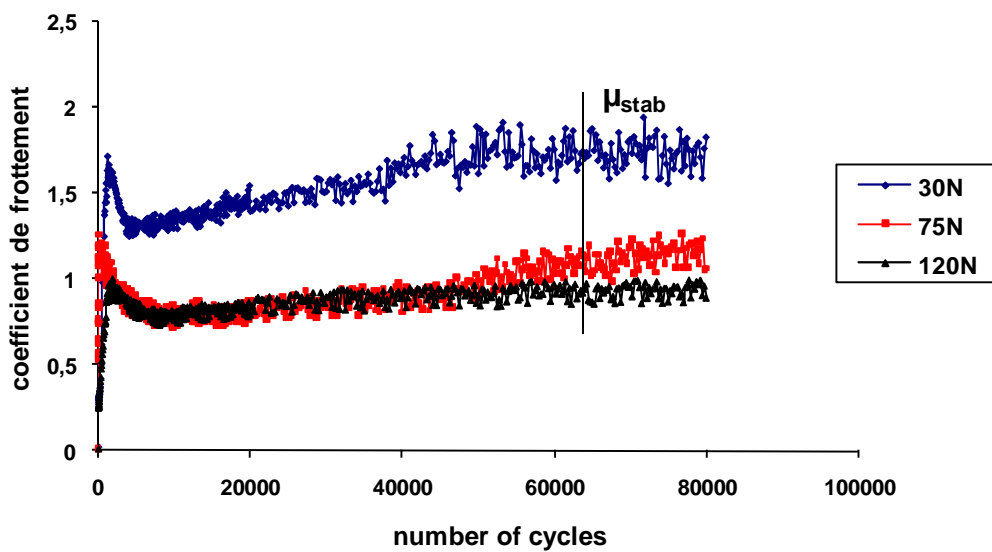


Fig. IV-9: Définition du coefficient de frottement stabilisé de la résine RTM6 dans le régime de glissement total pour différentes forces normales appliquées à 215°C ( $\delta^* = \pm 200\mu m$ )

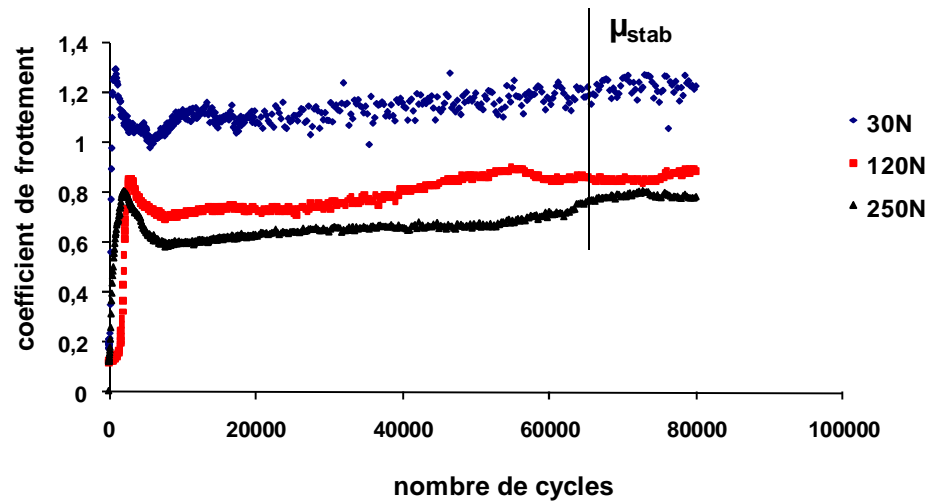


Fig. IV-10: Définition du coefficient de frottement stabilisé de la résine BMI dans le régime de glissement total pour différentes forces normales appliquées à la température ambiante ( $\delta^* = \pm 150 \mu m$ )

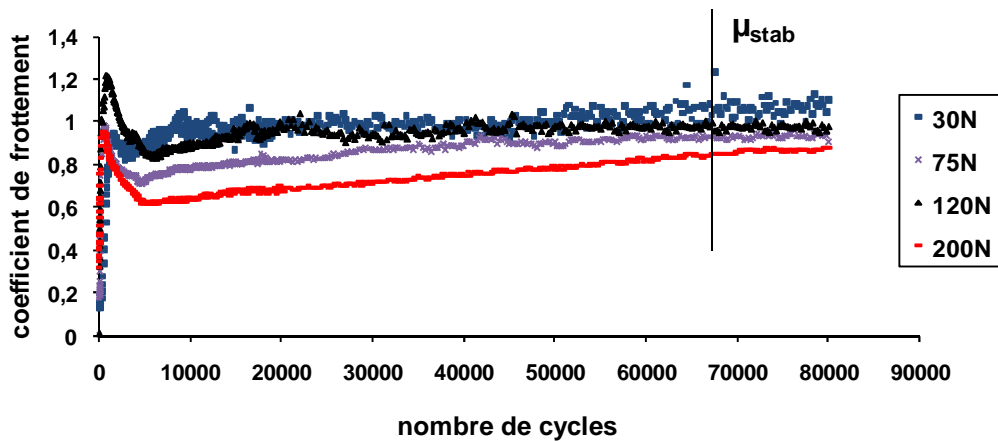


Fig. IV-11: Définition du coefficient de frottement stabilisé de la résine BMI dans le régime de glissement total pour différentes forces normales appliquées à 90°C ( $\delta^* = \pm 200 \mu m$ )

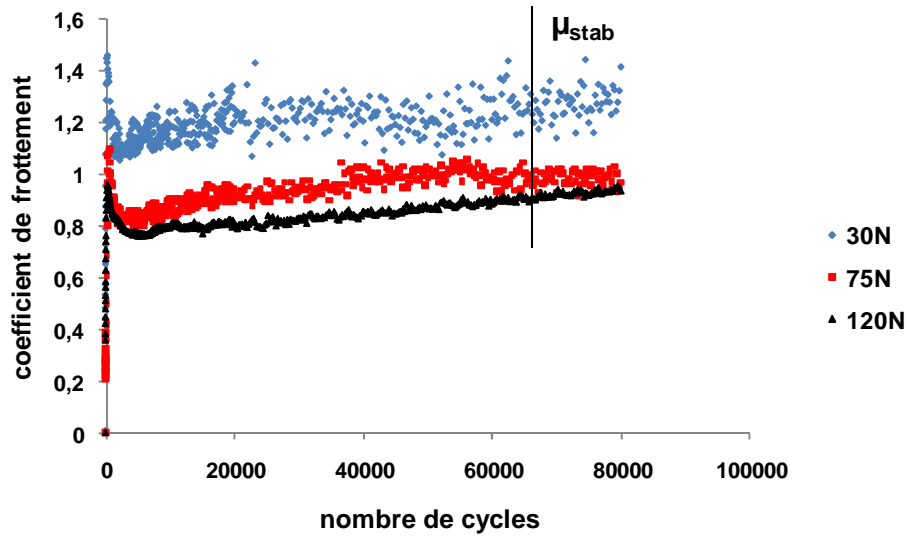


Fig. IV-12: Définition du coefficient de frottement stabilisé de la résine BMI dans le régime de glissement total pour différentes forces normales appliquées à 215°C ( $\delta^* = \pm 200 \mu m$ )